228-90270
Juli 2005

UV-VIS FOTODIODEN-ARRAYDETEKTOR

FÜR SHIMADZU-HOCHDRUCK-FLÜSSIGCHROMATOGRAPHIESYSTEM

SPD-M20A

BENUTZERHANDBUCH

Lesen Sie dieses Handbuch gründlich, ehe Sie das Produkt verwenden.
Bewahren Sie es zum späteren Nachschlagen auf.

SHIMADZU CORPORATION
ANALYTICAL & MEASURING INSTRUMENTS DIVISION
KYOTO, JAPAN

Leerseite technisch bedingt

Einführung

Lesen Sie vor der Verwendung des Gerätes diese Dokumentation.

Wir danken Ihnen für den Erwerb dieses Gerätes. Dieses Handbuch beschreibt: die Aufstellung, den Betrieb und die Hardware-Validierung des Gerätes. Sie enthält wichtige Sicherheitshinweise für den Gebrauch sowie Informationen über Zubehörteile und Optionen. Lesen Sie vor der Verwendung des Gerätes diese Dokumentation, und betreiben Sie das Gerät entsprechend den hierin enthaltenen Anleitungen. Bewahren Sie dieses Handbuch zum Nachschlagen auf.

WICHTIG

- Nehmen Sie das Gerät nicht in Betrieb, ehe Sie den Inhalt dieses Handbuchs vollständig verstanden haben.
- Wenn das Gerät verliehen oder verkauft wird, muss diese Dokumentation an den nächsten Anwender weitergegeben werden.
- Wenn diese Dokumentation oder die Warnschilder und -etiketten auf dem Gerät verloren gehen oder beschädigt werden sollten, beziehen Sie Ersatz von Ihrer Shimadzu-Vertretung.
- Lesen Sie vor der Inbetriebnahme des Gerätes die **Sicherheitsvorschriften**.

COPYRIGHT

- Copyright (C) 2004-2005 Shimadzu Corporation. Alle Rechte vorbehalten. Diese Veröffentlichung darf ohne vorherige schriftliche Zustimmung der Shimadzu Corporation weder vollständig noch auszugsweise reproduziert werden. Da Shimadzu seine Produkte häufig aktualisiert und verbessert, können die Informationen in diesem Dokument ohne vorherige Ankündigung geändert werden. Für Benachrichtigungen über falsche Angaben oder fehlende Informationen sind wir dankbar.

Adobe, das Adobe-Logo und Reader sind in den USA bzw. in anderen Ländern eingetragene Marken oder Marken von Adobe Systems Incorporated.
Intel und Celeron sind in den USA bzw. in anderen Ländern eingetragene Marken oder Marken von Intel Corporation.
AMD Duron und AMD sind in den USA bzw. in anderen Ländern eingetragene Marken oder Marken von Advanced Micro Devices, Inc.
Windows und Internet Explorer sind in den USA bzw. in anderen Ländern eingetragene Marken oder Marken von Microsoft Corporation.

Garantie und Service

Garantie

1. Gültigkeit

Informationen über den Umfang der Garantie erhalten Sie bei Ihrer Shimadzu-Vertretung.

2. Zeitdauer

Der Hersteller ersetzt kostenlos alle Komponenten oder repariert kostenlos alle Geräte, in denen während der Garantiefrist eine Störung auftritt, die in einem Herstellungsfehler begründet ist.

3. Nicht durch die Garantie abgedeckte Fälle

Die Garantie erstreckt sich nicht auf Fehlfunktionen, die aus folgenden Umständen resultieren:

1) missbräuchliche Verwendung;
2) Reparaturen oder Veränderungen durch andere Firmen als den Hersteller oder vom Hersteller autorisierte Firmen;
3) äußere Umstände;
4) Betrieb unter erschwerten Bedingungen, wie z. B. Umgebungen mit hohen Temperaturen, hoher Luftfeuchtigkeit, korrodierenden Gasen, Vibrationen usw.;
5) Feuer, Erdbeben oder andere Naturgewalten;
6) Bewegen oder Transportieren des Gerätes nach seiner erstmaligen Aufstellung;
7) Verbrauch von Elementen oder Komponenten, die als Verbrauchsmaterialien anzusehen sind. (So hängt zum Beispiel die Lebensdauer einer LCD-Anzeige von den jeweiligen Betriebsbedingungen ab.)

Service

Bei Problemen mit dem Gerät ist dieses, wie in Abschnitt "6 Fehlerbehebung" beschrieben, zu inspizieren, und die entsprechenden Maßnahmen sind zu ergreifen. Wenn sich eine Störung nicht beheben lässt oder Probleme auftreten, die nicht im Abschnitt zur Fehlerbehebung behandelt werden, wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung.

Verfügbarkeit von Ersatzteilen

Ersatzteile für dieses Gerät sind für eine Dauer von sieben (7) Jahren nach Beendigung seiner Produktion, danach möglicherweise nicht mehr verfügbar. Die Verfügbarkeit von nicht durch Shimadzu hergestellten Komponenten ist bei den jeweiligen Herstellern zu erfragen.

Hardware-Validierung

Alle LC-Komponenten und das gesamte LC-System sind in regelmäßigen Abständen auf ihre ordnungsgemäße Funktion zu prüfen. Andernfalls schwindet möglicherweise die Zuverlässigkeit der Analysedaten. Zu diesem Zweck sind regelmäßige Hardware-Validierungen auszuführen, deren Protokolle aufbewahrt werden müssen. Es gibt zwei Arten der Hardware-Validierung - Validierung der Komponenten und Systemvalidierung. Der Zweck der Validierung der Komponenten besteht darin, die Funktionstüchtigkeit der einzelnen Komponenten des Systems zu prüfen. Die Systemvalidierung prüft das System als ganzes (das Zusammenspiel der einzelnen Komponenten).
Das Gerät wurde vor dem Versand gründlich geprüft. Die Ergebnisse dieser Untersuchung finden sich in dem beiliegenden Inspection Certificate.
Wiederholen Sie zur Prüfung der Funktion des Gerätes nach der Installation die in "7 Hardware-Validierung" beschriebene Hardware-Validierung.
☞ "7 Hardware-Validierung" S. 7-1

Vertrag über die Hardware-Validierung

Sie können einen Vertrag über die regelmäßige Validierung des Systems und der Komponenten sowie die Dokumentation der Ergebnisse durch einen von Shimadzu ermächtigten Techniker abschließen. Ausführliche Informationen über diesen Vertrag erhalten Sie bei Ihrer Shimadzu-Vertretung.

Sicherheitsvorschriften

- Lesen Sie zur Gewährleistung einer sicheren Nutzung des Gerätes vor der Inbetriebnahme diese Sicherheitshinweise.
- Die im folgenden Abschnitt mit WARNUNG und VORSICHT gekennzeichneten Hinweise stellen wichtige Sicherheitsinformationen dar und sind unbedingt zu beachten.
- In diesem Handbuch werden die Begriffe WARNUNG und VORSICHT entsprechend den folgenden Konventionen verwendet;

⚠WARNUNG	**Kennzeichnet eine potentiell gefährliche Situation die, wenn sie nicht verhindert wird, zu mäßigen bis schweren Körperverletzungen, unter Umständen mit Todesfolge, führen kann.**
⚠VORSICHT	**Kennzeichnet eine potentiell gefährliche Situation die, wenn sie nicht verhindert wird, zu leichten Körperverletzungen oder Geräteschäden führen kann.**
Hinweis	**Kennzeichnet zusätzliche Informationen, die die ordnungsgemäße Verwendung des Gerätes sicherstellen sollen.**

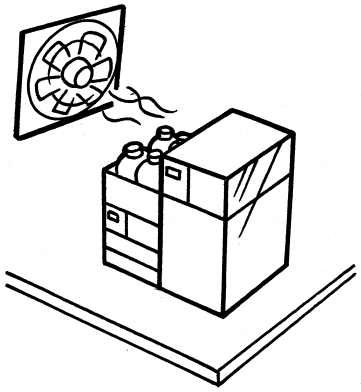
■ Sicherheitshinweise für die Nutzung des Gerätes

⚠WARNUNG

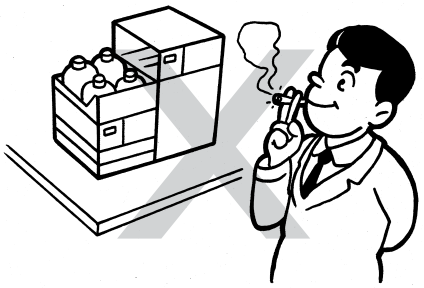
Dieses Gerät ist ein UV-VIS-Fotodioden-Arraydetektor zur Verwendung in Verbindung mit einem Hochdruck-Flüssigchromatographiesystem.
Verwenden Sie das Gerät nur für den vorgesehenen Zweck.
Bei zweckentfremdeter Nutzung des Gerätes besteht Unfallgefahr.

■ Sicherheitshinweise für die Auswahl des Aufstellungsortes

⚠ WARNUNG



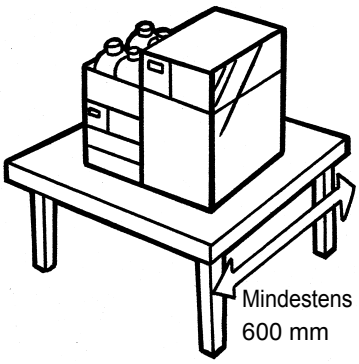
- **In der Hochdruck-Flüssigchromatographie werden feuergefährliche und giftige Lösungsmittel verwendet. Die Anlage ist zur Vermeidung von Vergiftungen und Brandentstehung durch Lösungsmitteldämpfe in einem gut belüfteten Raum aufzustellen.**



- **In der Hochdruck-Flüssigchromatographie werden große Mengen brennbarer organischer Lösungsmittel verwendet. Es ist dafür zu sorgen, dass der Umgang mit offenen Flammen in der Nähe des Gerätes streng verboten ist. Zur Vorbeugung von Bränden darf das Gerät nicht gemeinsam mit anderen Geräten in einem Raum aufgestellt werden, bei deren Betrieb Funkenbildung auftreten kann.**
  Für den Brandfall sind Feuerlöscher bereitzuhalten.

- **In der Nähe des Gerätes ist Schutzausrüstung bereitzuhalten.**
  Wenn Lösungsmittel in das Auge oder auf die Haut gelangen, ist sofort mit Wasser zu spülen. In der Nähe des Gerätes sind Augenspülflaschen und Sicherheitsduschen bereitzuhalten.

⚠ VORSICHT



- **Das Gewicht des Gerätes beträgt 12 kg. Berücksichtigen Sie bei der Installation das Gesamtgewicht aller weiteren LC-Komponenten.**
  Der Labortisch, auf dem das Gerät aufgestellt wird, muss das Gewicht des gesamten LC-Systems tragen können. Er muss eben, stabil und mindestens 600 mm tief sein.
  Andernfalls besteht die Gefahr, dass das Gerät kippt oder von der Stellfläche fällt.

- **Vermeiden Sie Standorte, die korrosiven Gasen ausgesetzt oder übermäßig staubig sind.**
  Derartige Umgebungen können die Leistung des Gerätes beeinträchtigen und seine Lebensdauer verkürzen.

■ Sicherheitshinweise für die Aufstellung

⚠ WARNUNG

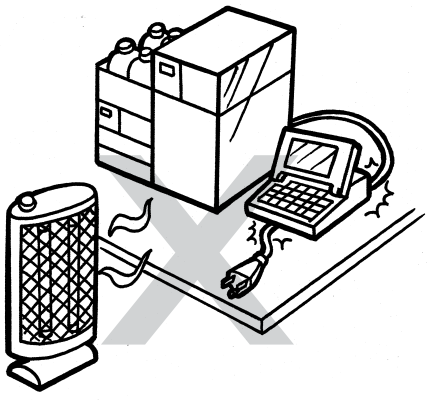
- **Stellen Sie sicher, dass das Gerät im Falle eines Erdbebens oder einer anderen Katastrophe nicht herunterfallen kann.**
  Bei starken Vibrationen besteht Verletzungsgefahr durch das Umkippen des Gerätes.

- **Im Folgenden finden Sie die Kennziffern der Stromversorgung und der Leistungsaufnahme des Gerätes. Die Versorgungsspannung des Gerätes ist aus dem Schild auf der Rückseite zu ersehen. Schließen Sie das Gerät nur an eine Stromversorgung mit der angegebenen Spannung an.**
  Bei falscher Spannung besteht die Gefahr eines Brandes oder elektrischen Schlages. Die Stromversorgung muss stabil sein und für die Versorgung sämtlicher Komponenten des Gerätes ausreichen. Bei ungenügender Energieaufnahme erfüllt das Gerät nicht die angegebenen Leistungsparameter.

Teile-Nr.	Netzspannung (Angabe auf dem Gerät)	Leistungs-aufnahme	Frequenz	Anmerkung
228-45005-31	100 V (100/120/220 - 230/240 V~)	150 VA	50/60 Hz	
228-45005-32	120 V (100/120/220 - 230/240 V~)	150 VA	50/60 Hz	
228-45005-38	220 V - 230 V/240 V (100/120/220 - 230/240 V~)	150 VA	50/60 Hz	Wechsel auf 240 V ist möglich.

- **Erden Sie das Gerät.**
  Die Erdung dient der Vorbeugung vor elektrischen Schlägen bei unbeabsichtigten elektrischen Entladungen und ist zur Gewährleistung des stabilen Betriebs erforderlich.

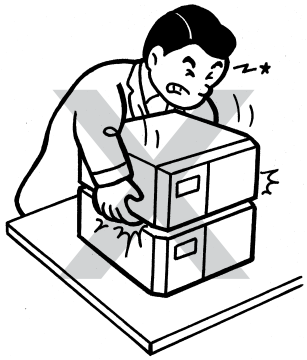
- **Stellen Sie keine schweren Gegenstände auf das Netzkabel, und berühren Sie es nicht mit heißen Gegenständen.**
  Dies könnte zu Beschädigungen und damit zu Bränden, elektrischen Schlägen oder Funktionsstörungen führen. Wenn das Kabel beschädigt sein sollte, wenden Sie sich sofort an Ihren Shimadzu-Vertreter.



- **Nehmen Sie keine Veränderungen am Kabel vor. Biegen Sie es nicht übermäßig und ziehen Sie nicht am Kabel.**
  Dies könnte zu Beschädigungen und damit zu Bränden, elektrischen Schlägen oder Funktionsstörungen führen. Wenn das Kabel beschädigt sein sollte, wenden Sie sich sofort an Ihren Shimadzu-Vertreter.

⚠ VORSICHT

- **Achten Sie bei der Aufstellung darauf, die Finger nicht zwischen den Systemkomponenten einzuklemmen, da dies zu Verletzungen führen kann.**
- **Achten Sie darauf, die Finger beim Öffnen der Türen nicht einzuklemmen, da dies zu Verletzungen führen kann.**



■ Sicherheitshinweise für den Betrieb des Gerätes

⚠ WARNUNG

- **Ergreifen Sie wirksame Maßnahmen zum Schutz des Gerätes vor statischer Aufladung.**

  ☞"Sicherheitshinweise zum Schutz vor statischer Aufladung" S. IX

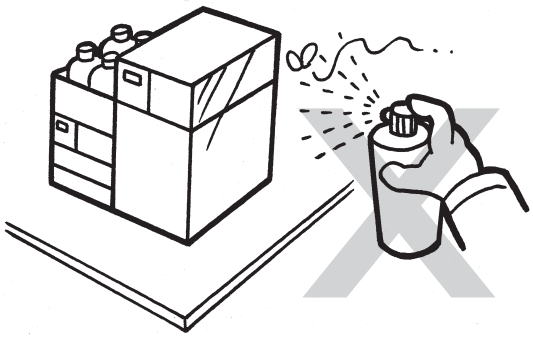
  Bei statischer Aufladung besteht Brand- und Explosionsgefahr.

- **Tragen Sie beim Umgang mit Lösungsmitteln und Proben stets Schutzhandschuhe und eine Schutzbrille.**

  Das Eindringen von Lösungsmitteln in das Auge kann zur Erblindung führen. Wenn Lösungsmittel in das Auge gelangen, ist sofort mit viel Wasser zu spülen und ein Arzt zu konsultieren.

- **Tragen Sie beim Umgang mit toxischen oder infektiösen Proben stets Schutzhandschuhe.**
- **Verwenden Sie niemals Lösungsmittelflaschen mit Rissen oder Sprüngen.**

  Wenn ein Helium-Entgaser verwendet wird, wird Druck auf die Lösungsmittelflaschen ausgeübt.
  Dies kann zum Bruch der Lösungsmittelflaschen und zu Verletzungen führen.



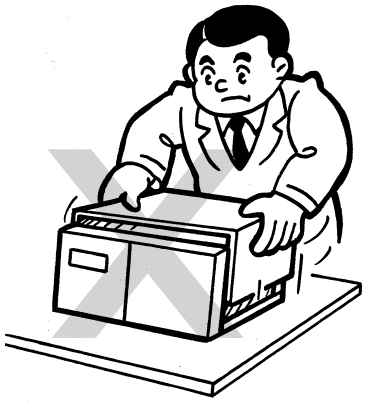
- **Verwenden Sie in der Nähe des Gerätes keine brennbaren Aerosole (Haarspray, Insektenvernichtungsmittel usw.).**

  Diese können sich entzünden und einen Brand verursachen.

■ Sicherheitshinweise für die Inspektion, Wartung, Einstellung und Pflege des Gerätes

⚠ WARNUNG

- **Ziehen Sie vor der Inspektion, der Ausführung von Wartungsarbeiten oder dem Austausch von Teilen den Netzstecker aus der Steckdose.**
  Andernfalls kann es zu elektrischen Schlägen und Unfällen durch Kurzschluss kommen.



- **Entfernen Sie nie die Hauptabdeckung des Gerätes.**
  Dies kann zu Verletzungen und Funktionsstörungen führen. Routine-Wartungsarbeiten, Inspektion und Einstellung sind ohne Entfernung der Hauptabdeckung möglich. Alle Reparaturen, für die die Entfernung der Hauptabdeckung erforderlich ist, müssen von der Shimadzu-Vertretung ausgeführt werden.

- **Beim Ersetzen der Sicherungen ist auf die Verwendung des korrekten Typs und der korrekten Stärke zu achten.**
  Bei der Verwendung falscher Sicherungen besteht Brandgefahr.

- **Wenn das Netzkabel verstaubt ist, ziehen Sie den Netzstecker aus der Steckdose und entfernen Sie den Staub mit einem trockenen Lappen.**
  Staubansammlung kann zur Entstehung von Bränden führen.

- **Ersatzteile müssen den Spezifikationen in "1.3 Komponenten" bzw. "9.3 Wartungsteile" entsprechen.**
  Die Verwendung anderer Komponenten kann zur Beschädigung des Gerätes und zu Funktionsstörungen führen.

- **Eventuell in das Gerät eingedrungenes Wasser muss zur Verhinderung von Rostschäden sofort abgewischt werden. Zur Reinigung des Gerätes darf kein Alkohol oder Lösungsmittel verwendet werden.**
  Diese können zur Entfärbung führen.

- **Entsorgen Sie alle Flüssigabfälle ordnungsgemäß und entsprechend den gesetzlichen Vorschriften.**

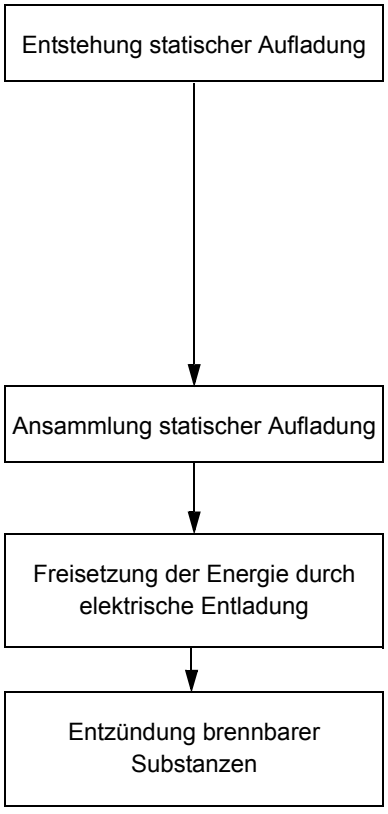
Sicherheitshinweise zum Schutz vor statischer Aufladung

In der Flüssigchromatographie (LC) werden brennbare organische Lösungsmittel als mobile Phase eingesetzt. Außerdem werden LC-Systeme häufig in Umgebungen verwendet, in denen sich große Mengen brennbarer Stoffe befinden. Im Falle eines Unfalls besteht die Gefahr erheblicher Schäden. Beim Betrieb des Gerätes ist daher ständig die Brand- und Explosionsgefahr zu beachten.

Die häufigste Ursache derartiger Unfälle ist statische Aufladung. Die Wahl der angemessenen Maßnahmen zum Schutz vor statischer Aufladung ist nicht immer einfach, da Unfälle durch das Zusammentreffen mehrerer Faktoren verursacht werden und im Vorfeld eines Unfalls die verschiedensten Symptome auftreten können. Im Folgenden finden Sie eine Aufstellung der empfohlenen Methoden zur Vorbeugung vor statischer Aufladung, Ergreifen Sie auf der Grundlage dieser Informationen umfassende Sicherheitsmaßnahmen.

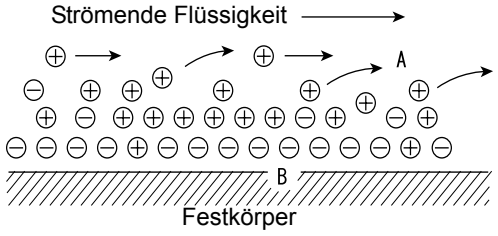
■ Typische Ursachen von Unfällen im Zusammenhang mit statischer Aufladung

Unfälle im Zusammenhang mit statischer Aufladung werden in der Regel durch die im Folgenden beschriebene Abfolge von Ereignissen verursacht:



Wenn die Flüssigkeit, wie in der Flüssigchromatographie üblich, mit hoher Strömungsgeschwindigkeit durch eine dünne Leitung fließt, verursachen die elektrostatischen Ladungen der fließenden Flüssigkeit statische Aufladung.

Entstehung statischer Aufladung durch den Fluss einer Flüssigkeit über einen Festkörper

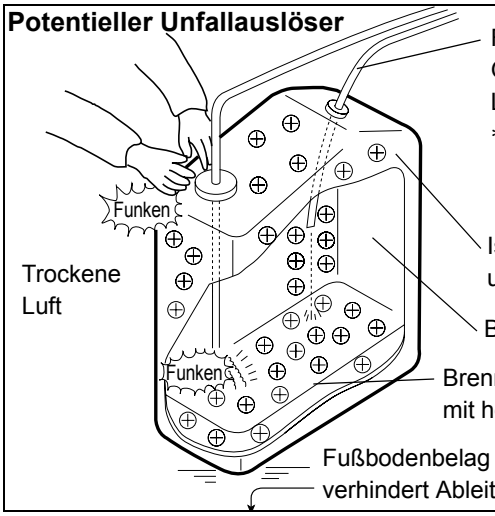


A: Mit der strömenden Flüssigkeit transportierte Ladungen.

B: An der Oberfläche des Festkörpers festsitzende Ladungen.

Wenn sich in einem elektrisch isolierten Behälter elektrostatisch geladene Flüssigkeit ansammeln kann, steigt die Ladung nach und nach an. Sie kann mehrere tausend Volt erreichen. Wenn dann ein elektrischer Leiter in die Nähe des Behälters gelangt, erfolgt eine elektrische Entladung unter Freisetzung thermischer Energie, die in der Umgebung befindliche brennbare Gase entzünden kann.

Potentieller Unfallauslöser



Flüssigkeit fließt mit hoher Geschwindigkeit durch dünne Leitungen.
* Luftblasen in der Flüssigkeit erleichtern die Entstehung statischer Aufladung.

Isolierter Behälter aus Polyethylen usw.

Brennbares Gas im Behälter.

Brennbares organisches Lösungsmittel mit hoher elektrostatischer Ladung.

Fußbodenbelag aus Gummi o. ä. verhindert Ableitung elektrischer Ladungen.

■ Verhinderung von Unfällen mit statischer Aufladung

Unfälle mit statischer Aufladung lassen sich am besten durch die Verhinderung der Entstehung und Ansammlung elektrostatischer Ladungen vermeiden.

⚠VORSICHT

- **Ergreifen Sie mehrere Vorsichtsmaßnahmen gleichzeitig.**
- **Wenn große Mengen brennbarer Lösungsmittel in einem großen Behälter gesammelt werden, müssen die unten genannten Vorsichtsmaßnahmen 1, 2, und 3 ergriffen werden.**

Vorsichtsmaßnahme 1

Verwenden Sie für flüssige Abfälle einen geerdeten Metallbehälter.
Dies gewährleistet, dass die elektrischen Ladungen des Behälters sowie der Flüssigkeit in die Erde abgeleitet werden.

Zubehör für diese Maßnahme

(1) Erdungskabel mit Clip Teile-Nr. 228-21353-91
(2) 18 Liter-Metallbehälter Teile-Nr. 038-00044
(3) 4 Liter-Metallbehälter Teile-Nr. 038-00043-01

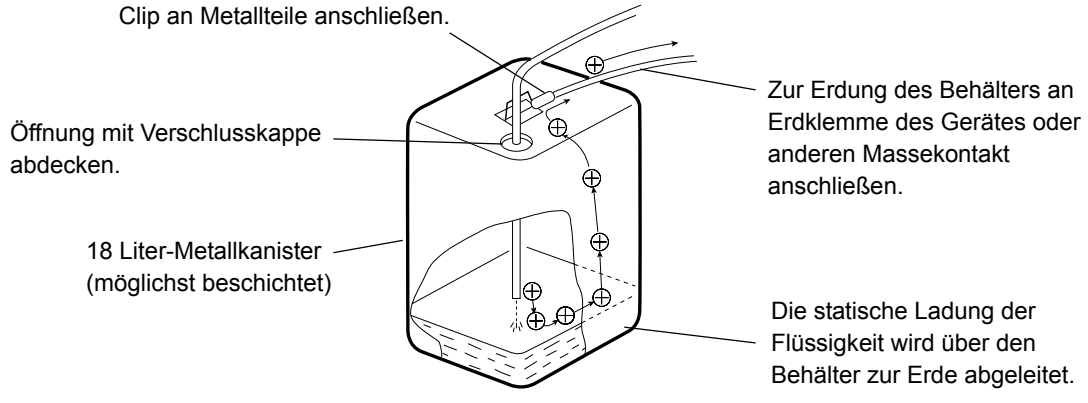
⚠VORSICHT

- **Der Abfallbehälter muss ordnungsgemäß geerdet werden.**
  Wenn das Erdungskabel nicht ordnungsgemäß mit der Masse verbunden ist, können sich im Behälter statische Ladungen ansammeln.

- **Die Oberflächen einiger Metallbehälter sind laminiert oder oxidiert und können daher keine Elektrizität leiten. Stellen Sie nach der Erdung mit Hilfe eines Prüfgerätes sicher, dass die Elektrizität tatsächlich in die Erde abgeleitet wird.**

- **Wenn die in dem Abfallbehälter zu sammelnde Flüssigkeit nahezu nicht leitend ist (10^{-10} S/m oder weniger), muss eine leitfähige Sicherheitsflüssigkeit zugegeben werden.**
  Diese leitende Flüssigkeit kann bereits vor Beginn der Nutzung zugegeben werden.

Vorsichtsmaßnahmen zum Schutz vor statischer Aufladung


Clip an Metallteile anschließen.
Zur Erdung des Behälters an Erdklemme des Gerätes oder anderen Massekontakt anschließen.
Öffnung mit Verschlusskappe abdecken.
18 Liter-Metallkanister (möglichst beschichtet)
Die statische Ladung der Flüssigkeit wird über den Behälter zur Erde abgeleitet.

Vorsichtsmaßnahme 2

Decken Sie die Öffnungen zwischen den Rohrleitungen und den Seiten der Einlass- und Austrittsöffnungen des Abfallbehälters mit Verschlusskappen oder anderen Schutzabdeckungen ab. Dies verhindert das Eindringen von Funken in das Innere des Behälters.

Zubehör für diese Maßnahme

Verschlusskappen für 18- oder 4-Liter-Behälter (mit drei Öffnungen von 3 mm Durchmesser)
Teile-Nr. 228-21354-91

Vorsichtsmaßnahme 3

Halten Sie elektrostatisch geladene Gegenstände und Personen vom Abfallbehälter fern.
Verhindern Sie mit Hilfe der folgenden Maßnahmen die elektrische Aufladung Ihres Körpers:

- Tragen Sie antistatische Kleidung und Schuhe.
- Erden Sie sich mit einem Erdungsarmband. (Aus Sicherheitsgründen muss zwischen das Erdungsarmband und den Masseanschluss ein Widerstand von ca. 1 MΩ geschaltet werden.)
- Legen Sie den Fußboden mit antistatischen oder anderen leitfähigen Fußbodenbelägen aus.

⚠VORSICHT

- **Personen ohne antistatische Ausrüstung müssen zur Ableitung statischer Ladungen einen geerdeten Metallgegenstand berühren, ehe sie sich in die Nähe des Abfallbehälters begeben dürfen.**

Vorsichtsmaßnahme 4

Verwenden Sie für Leitungen mit hoher Strömungsgeschwindigkeit Kapillaren mit einem Innendurchmesser von mindestens 2 mm.

⚠VORSICHT

- **Prüfen Sie die Kapillarverbindungen regelmäßig auf undichte Stellen.**
  Durch Luftblasen in der Flüssigkeit kann sich die elektrostatische Aufladung um das Zwanzig- bis Dreißigfache, unter Umständen sogar noch weiter, erhöhen.

Vorsichtsmaßnahme 5

Wenn kein elektrisch leitender Behälter verwendet werden kann, ergreifen Sie die folgenden Sicherheitsmaßnahmen:

- Stellen Sie sicher, dass das Ende der Zustromleitung tief in den Behälter hineinragt. Legen Sie außerdem einen geerdeten Metallgegenstand, z. B. ein mit dem Gerät verbundenes Kabel, in die Flüssigkeit.

⚠VORSICHT

Diese Sicherheitsmaßnahme ist wirkungslos bei Flüssigkeiten mit geringer Leitfähigkeit (unter 10^{-10} S/m).

- **Wählen Sie die Größe des Behälters so klein wie möglich, um den Schaden im Falle eines Brandes gering zu halten.**
- **Sorgen Sie für eine ausreichend hohe Luftfeuchtigkeit.**
  Luftfeuchtigkeitswerte von über 65 % verhindern die statische Aufladung.

Zur Beachtung

Antistatische Ausrüstung (antistatische Bekleidung, Schuhe und Fußbodenbeläge) sowie Messgeräte (Potentiometer) sind im Fachhandel erhältlich.

Sicherheitshinweise zur Auswahl und Verwendung der mobilen Phase

⚠VORSICHT

- **Wenn Flusslinienverbindungen aus PEEK-Kunststoff verwendet werden, dürfen die folgenden mobilen Phasen nicht zum Einsatz kommen.**
  Diese mobilen Phasen können den PEEK-Kunststoff angreifen, was zu Rissen in den Flusslinienverbindungen und zum Austreten der mobilen Phase führen kann.
  Konzentrierte Schwefelsäure, konzentrierte Salpetersäure, Dichloressigsäure, Aceton, Tetrahydrofuran (THF), Dichlormethan, Chloroform, Dimethylsulfoxid (DMSO).

Hinweis:Die kurzzeitige Verwendung einer schwachen Lösung von max. 0,5 % Aceton in Wasser (z. B. zur Überprüfung der Gradientenleistung) ist unproblematisch.

Hinweis

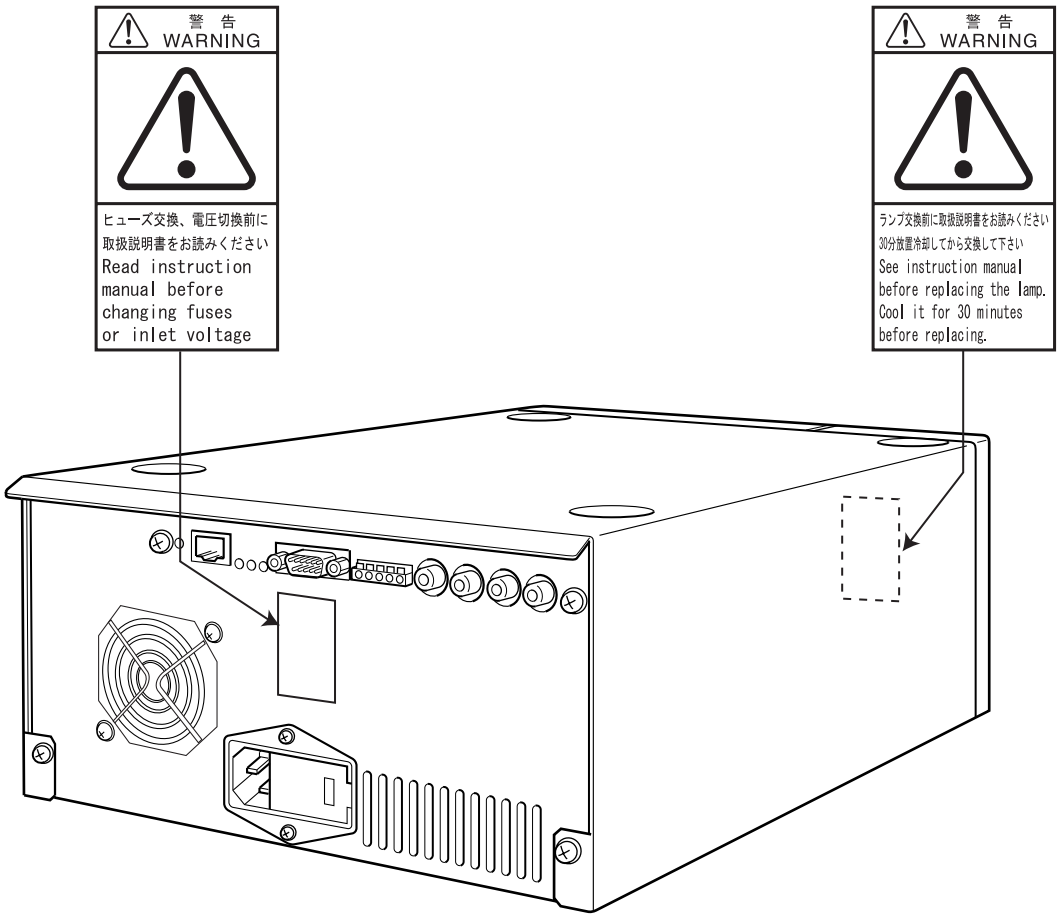
- Verwenden Sie nur mobile Phasen in HPLC-Qualität und filtern Sie Partikel und Fremdstoffe unter Verwendung eines Filters mit einer Siebweite von maximal 0,45 µm aus.
- Halogenionen können zur Korrosion des in den Flusslinienverbindungen verwendeten Edelstahlmaterials (SUS316L) führen. Vermeiden Sie daher nach Möglichkeit die Verwendung mobiler Phasen, die Halogenionen enthalten (zum Beispiel KCl, NaCl, NH_4Cl) oder bei bestimmten Reaktionen Halogenionen freisetzen können. Wenn der Einsatz derartiger mobiler Phasen nicht zu vermeiden ist, müssen sämtliche Leitungen unmittelbar nach der Analyse gründlich mit destilliertem Wasser gereinigt werden.
- Wenn für Hoch-Empfindlichkeits-Analysen ein UV-Detektor des Typs SPD (oder ein ähnliches Gerät) verwendet wird, setzen Sie eine mobile Phase in HPLC-Qualität mit geringer Absorption für UV-Wellen ein.
- Entgasen Sie stets die mobile Phase, da sich beim Mischen der Lösungsmittel oder bei Temperatur- oder Druckänderungen Luftblasen bilden können. Luftblasen können zu Funktionsstörungen der Pumpe sowie zu Rauschen im Detektorsignal führen.
- Hinweise zu den Siedepunkten, der Viskosität und anderen Daten der verwendeten mobilen Phasen finden Sie im Abschnitt
  ☞ "9.5 Eigenschaften mobiler Phasen" S. 9-30

Warnschilder

Zur Gewährleistung der sicheren Bedienung sind an Elementen des Gerätes, die besondere Aufmerksamkeit erfordern, Warnschilder angebracht.
Wenn diese Etiketten sich ablösen oder beschädigt werden, wenden Sie sich bitte an Shimadzu, um Ersatzetiketten zu beziehen.

Warnschild (Teile-Nr. 228-42582)
Beachten Sie beim Ersetzen von Sicherungen oder bei Änderungen der Netzspannung das Benutzerhandbuch.

Warnschild (Teile-Nr. 228-42602)
Schlagen Sie im Benutzerhandbuch nach, bevor Sie die Lampe ersetzen. Lassen Sie die Lampe zunächst 30 Minuten abkühlen.



Sicherheitshinweis zum Umgang mit Deuterium (D2)- und Wolfram (W)-Lampen

■Entsorgen der Lampe

Wenn die Deuterium (D2)- oder Wolfram (W)-Lampe zerbricht oder das Ende ihrer Betriebszeit erreicht ist, entsorgen Sie sie getrennt vom allgemeinen Müll. Die von Shimadzu gelieferte Deuterium (D2)- oder Wolfram (W)-Lampe sollte so entsorgt werden, dass dies weder zu Körperverletzungen noch zu Umweltbelastungen führt. Informieren Sie sich bei Ihren örtlichen Umweltämtern über geeignete Entsorgungsmethoden.

Die Deuteriumlampe (D2) besteht aus folgendem Material:
- Metalle (Wolfram, Aluminium)
- Quartzglas
- Keramik
- Kunststoff

Die Wolframlampe (W) besteht aus folgendem Material:
- Metalle (Wolfram, Edelstahl)
- Quartzglas
- Keramik
- Kunststoff

Leerseite technisch bedingt

Inhalt

Einführung I
Garantie und Service II
Sicherheitsvorschriften IV
- Sicherheitshinweise für die Nutzung des Gerätes IV
- Sicherheitshinweise für die Auswahl des Aufstellungsortes V
- Sicherheitshinweise für die Aufstellung VI
- Sicherheitshinweise für den Betrieb des Gerätes VII
- Sicherheitshinweise für die Inspektion, Wartung, Einstellung und Pflege des Gerätes VIII

Sicherheitshinweise zum Schutz vor statischer Aufladung IX
- Typische Ursachen von Unfällen im Zusammenhang mit statischer Aufladung IX
- Verhinderung von Unfällen mit statischer Aufladung X

Sicherheitshinweise zur Auswahl und Verwendung der mobilen Phase XIII
Warnschilder XIV
Sicherheitshinweis zum Umgang mit Deuterium (D2)- und Wolfram (W)-Lampen XV
- Entsorgen der Lampe XV

Kapitel 1 Konfiguration

1.1 Überblick 1-2
1.2 Merkmale 1-2
1.3 Komponenten 1-4
1.4 Für den Betrieb benötigt 1-5
- Empfohlene PC-Spezifikationen 1-5

1.5 Optionale Teile 1-6
- Optionale Flusszellen 1-6
- Andere Optionen 1-7

Kapitel 2 Darstellung und Funktion der Komponenten

2.1 Frontabdeckung 2-2
2.2 Hinter Front- und linker Abdeckung 2-3
2.3 Bodenplatte 2-4
2.4 Rückseite 2-5
2.5 Namen und Funktionen der Anzeigen 2-6
2.5.1 Anzeigefeld 2-6

Kapitel 3 Vorbereitung

3.1 Sicherheitsmaßnahmen beim Betrieb des Gerätes 3-2
- Betriebsvorbereitungen 3-2
- Leistungsprüfung 3-2
- Sicherheitsmaßnahmen für die Wellenlängenkalibration und Prüfung der Wellenlängengenauigkeit 3-2
- Sicherheitsmaßnahmen während des Betriebs des Geräts 3-3
- Sicherheitsmaßnahmen nach dem Betrieb des Gerätes 3-3

3.2 Ein- und Ausschalten des Gerätes 3-4

Kapitel 4 Grundfunktionen

4.1 Einstellen der Geräteparameter 4-2
- Belichtungszeit 4-3
- Bandbreite 4-3
- Spaltbreite 4-3
- Wellenlänge 4-3
- Datenaufnahme 4-4
- Zeitkonstante (Reaktion) 4-5
- Lampenauswahl 4-5
- Temperatur der Flusszelle 4-5

Kapitel 5 Bedienung

5.1 Bedienung mittels Web-Browser 5-2
5.1.1 Anwenderprivilegien 5-2
5.2 Gesamtbetriebsablauf 5-3
5.2.1 Starten der Systemkomponenten 5-3
5.2.2 Verbindung dieses Geräts mit dem Web-Browser 5-4
5.2.3 Anmeldung und Anzeigen des Bildschirms "Analysis Setting and Execution" 5-5
- Analysis Parameters (Bei Anmeldung als "guest") 5-6

5.2.4 Einstellungsparameter 5-6
5.2.5 Nullkorrektur 5-7
5.2.6 Starten der Analyse 5-8
- Wenn ein Fehler auftritt 5-8

5.2.7 Abmeldung 5-9
5.2.8 Beenden des Systems 5-9
5.2.9 Erzwungene Abmeldung 5-10

5.3 Administrator Settings 5-11
5.3.1 Anzeigen des Administrator-Bildschirms (bei Administrator-Anmeldung) 5-11
5.3.2 Festlegen von Systeminformationen 5-13
5.3.3 Netzwerkeinstellungen 5-13
5.3.4 Protokoll/Teileinformationen 5-15
■ Error Log 5-15
■ Operation Log 5-16
■ Maintenance Log 5-16
■ System Check Report 5-17
■ Parts Information 5-18
5.4 Analogausgabe-Verwendung und Einstellungen 5-19
5.4.1 Übersicht über Analogausgabe 5-19
5.4.2 Einstellung von Analogausgaben über den Web-Browser 5-20
5.4.3 Einstellung von Analogausgaben über LCsolution 5-20
5.4.4 Einstellung von Analogausgaben mit CLASS-VP 5-21

Kapitel 6 Fehlerbehebung

6.1 Fehlersuche und -behebung 6-2
■ Mit dem elektrischen System verbundene Probleme 6-2
■ Mit der Basislinie verbundene Probleme 6-3
■ Mit der Lampenenergie verbundene Probleme 6-5
■ Mit der Wellenlänge verbundene Probleme 6-5
6.2 Fehlermeldungen 6-6
6.3 Web-Browser-Fehlermeldungen 6-8

Kapitel 7 Hardware-Validierung

7.1 Überblick über die Hardware-Validierung 7-2
7.1.1 Hardware-Validierung 7-2
7.1.2 Arten der Hardware-Validierung 7-2
7.2 Implementierung der Hardware-Validierung 7-3
7.2.1 Periodische Validierung 7-3
7.2.2 Tägliche Inspektion 7-3
7.2.3 Validierung bei Wartungsarbeiten 7-3
7.3 Sicherheitshinweise für die Validierung 7-4
7.3.1 Umgebung 7-4
7.3.2 Aufstellungsort 7-4

7.4 Benötigte Gegenstände 7-5
■ Testausrüstung 7-5
■ Standardreagenzien für die Validierung 7-6
■ Zubehör für den Hardware-Test 7-6
7.5 Validierung: Detektor 7-7
7.5.1 Zu prüfende Parameter 7-7
■ Zu prüfende Parameter 7-7
7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms 7-7
■ PDA Utility 7-8
7.5.3 Initialisierungsprüfung und ROM-/RAM-Selbstdiagnose 7-9
■ Zweck 7-9
■ Testverfahren 7-9
7.5.4 Prüfung der Firmwareversion 7-9
■ Zweck 7-9
■ Testverfahren 7-9
7.5.5 Prüfung der Betriebsdauer der Lichtquelle 7-10
■ Zweck 7-10
■ Testverfahren 7-10
7.5.6 Prüfung der Wellenlängengenauigkeit 7-11
■ Zweck 7-11
■ Testverfahren 7-11
■ Messen der Wellenlängengenauigkeit 7-13
7.5.7 Prüfung der Lampenintensität 7-14
■ Zweck 7-14
■ Einstellung der korrekten Akzeptanzkriterien während der periodischen Wartung .7-15
7.5.8 Linearitätsprüfung 7-16
■ Zweck 7-16
■ Für die Prüfung benötigt 7-16
■ Testverfahren 7-16
7.5.9 Prüfung von Drift / Rauschen 7-20
■ Zweck 7-20
7.6 Validierung des Systems 7-23
7.6.1 Validierung eines isokratischen LC-Systems 7-23
■ Zweck 7-23
■ Für die Prüfung benötigt 7-23
■ Prüfen und Vorbereiten des LC-Systems 7-24
■ Validierungsverfahren 7-25
■ Parametereinstellungen für die Validierung eines isokratischen Systems 7-27
7.6.2 Validierung eines Gradienten-LC-Systems 7-28
■ Zweck 7-28
■ Für die Prüfung benötigt 7-28
■ Prüfen und Vorbereiten des LC-Systems 7-28

■ Validierungsverfahren 7-30
■ Parametereinstellungen für die Validierung eines Gradientensystems 7-31
7.7 Wenn die Validierung fehlschlägt 7-32

Kapitel 8 Wartungsarbeiten

8.1 Periodische Inspektion und Wartung 8-2
8.1.1 Vor Inspektion oder Wartungsarbeiten 8-2
8.1.2 Aufstellung der regelmäßig auszuführenden Inspektions- und Wartungsarbeiten 8-3
8.1.3 Überprüfung nach Inspektions- und Wartungsverfahren 8-3
8.2 Reinigung der Flusszelle 8-4
8.2.1 Entfernen der Flusszelle 8-4
8.2.2 Einfache Reinigung 8-5
8.2.3 Wiedereinbau der Flusszelle 8-7
8.3 Zerlegung, Reinigung und Zusammenbau der Flusszelle 8-8
■ Prüfung nach dem Zusammenbau 8-10
8.4 Ersetzen der Lampen 8-11
■ Nennlebensdauer einer Lampe 8-11
8.4.1 Auswechseln der D2-Lampe 8-12
8.4.2 Auswechseln der W-Lampe 8-14
8.4.3 Zurücksetzen der Lampenbetriebszeit 8-16
8.5 Einstellung der Belichtungszeit 8-17
8.6 Wellenlängenkalibration 8-18
8.7 Ersetzen von Sicherungen 8-19
8.8 Äußere Reinigung des Gerätes 8-20

Kapitel 9 Technische Informationen

9.1 Aufstellung 9-2
9.1.1 Aufstellungsort 9-2
■ Auswahl und Vorbereitung des geeigneten Aufstellungsortes 9-2
■ Erforderlicher Aufstellungsplatz 9-3
9.1.2 Aufstellung 9-4
■ Entfernen Sie die Transportsicherungen 9-4
■ Aufstellung 9-4
■ Stapelfixierungen 9-5

9.1.3 Stromanschluss 9-6
■ Änderung der Netzspannung 9-6
■ Anschluss an die Steckdose 9-7
■ Erden 9-7
9.1.4 Vor dem Erstellen der Flusslinienverbindungen 9-8
■ Typen von Flusslinienverbindungen und Anschlussteilen 9-8
■ Zuschneiden der Kapillaren 9-8
■ Zuschneiden der Kunststoffkapillaren 9-9
■ Anschließen der Leitungen 9-9
■ Schutzaufsätze 9-10
9.1.5 Erstellen der Flusslinienverbindungen 9-11
■ Entfernen der Frontabdeckung 9-12
■ Flusslinienverbindungen von Säule und Detektor 9-13
■ Anschließen des Leckage-Ablaufrohrs 9-14
■ Anbringen der Frontabdeckung 9-17
9.1.6 Verkabelung 9-18
■ Anschlussstücke 9-18
■ Verbinden des Ethernet-Anschlusses 9-19
■ Verbinden der Integrator-Anschlüsse 9-20
9.1.7 Eingabe-/Ausgabeanschlüsse 9-21
■ Verbinden Eingabe-/Ausgabeanschlüsse 9-21
9.1.8 Software-Installation 9-22
9.2 Spezifikationen 9-23
9.2.1 Leistungsspezifikationen 9-23
9.2.2 Standardflusszelle 9-23
9.2.3 Detektoreinheit 9-24
9.3 Wartungsteile 9-25
9.3.1 Verbrauchsmaterialien 9-25
9.3.2 Ersatzteile 9-25
■ Elektrisches System 9-25
■ Optisches System 9-26
9.4 Einführung in das HPLC-System 9-27
9.4.1 Beispiel eines einfachen (isokratischen) Systems 9-27
■ Lösungsmittelfluss 9-27
■ Funktion der Komponenten 9-27
9.4.2 Beispiel eines Autoinjektor-Systems (1) 9-28
■ Lösungsmittelfluss 9-28
■ Funktion der Komponenten 9-28
9.4.3 Beispiel eines Autoinjektor-Systems (2) 9-29
■ Lösungsmittelfluss 9-29
■ Funktion der Komponenten 9-29

9.5 Eigenschaften mobiler Phasen 9-30

Index

Leerseite technisch bedingt

1

Konfiguration

Inhalt

1.1 Überblick 1-2
1.2 Merkmale 1-2
1.3 Komponenten 1-4
1.4 Für den Betrieb benötigt 1-5
1.5 Optionale Teile 1-6

1.1 Überblick

Beim SPD-M20A handelt es sich um einen UV-Vis-Fotodioden-Arraydetektor, der für den Einsatz mit einem Hochdruck-Flüssigchromatographiesystem (High Performance Liquid Chromatograph oder HPLC) vorgesehen ist und entwickelt wurde, um die Nachfrage nach größerer Analysengenauigkeit und -empfindlichkeit zu befriedigen.
Andere Komponenten eines kompletten HPLC-Systems, z. B. Lösungsmittelfördermodul, Autoinjektor, Säule, Systemcontroller und LC-Workstation-Software usw. müssen separat gekauft werden.
Wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung, um die anderen Komponenten, die Sie je nach Ihren Analysezielen benötigen, zu spezifizieren.

Dieses Gerät wird ausschließlich mit einem Personal Computer (hierin mit PC abgekürzt) gesteuert. LC-Workstation-Software (LCsolution oder CLASS-VP) kann zum Steuern eines Shimadzu LC-Systemcontrollers sowie zur Verwaltung oder Verarbeitung von Daten eingesetzt werden.

In diesem Handbuch werden Aufstellung, Betrieb und Wartung dieses Detektorgeräts beschrieben. Für Analyseverfahren unter Verwendung von LC-Workstation-Software schlagen Sie in der mit der Software gelieferten Betriebsdokumentation nach.

1.2 Merkmale

- **Über den gesamten Wellenlängenbereich von 190 bis 800 nm sind Messungen hoher Empfindlichkeit möglich.**

  Der Fotodioden-Arraydetektor überwacht kontinuierlich Spektren über den gesamten Wellenlängenbereich hinweg. Die Verwendung sowohl einer Deuteriumlampe (D2) als auch einer Wolframlampe (W) als Lichtquellen ermöglicht eine hoch empfindliche Messung der Chromatogramme und Absorptionsspektren über einen breiten Wellenlängenbereich von 190 bis 800 nm.

  Die kontinuierliche Überwachung der Absorptionsspektren eluierter Komponenten bietet eine Vielzahl von Informationen für die Analyse.
  - Identifizierung der Komponenten aus Absorptionsspektren.
    Verwendung der Retentionszeit mit den Absorptionsspektren bietet eine höhere Gewissheit bei der Analytidentifizierung.
  - Prüfung der Peakreinheit
    Eluierte Peaks können überprüft werden, um zu bestimmen, ob sie aus einer einzigen Komponente stammen oder mit Verunreinigungen vermischt sind.

- **Hervorragende S/N-Leistungsfähigkeit und Spektrumauflösung**

  Das verbesserte optische System bietet eine hohe Spektrumauflösung und hervorragende S/N-Leistungsfähigkeit. Es verfügt über einen variablen Schlitz, um je nach Anwendung eine noch höhere Empfindlichkeit zu ermöglichen.

- **Verbesserte Basislinienstabilität mittels Flusszellen-Temperatursteuerung**

  Ohne Temperatursteuerung ist die Basislinienstabilität bei Analysen mit kurzen Wellenlängen oft unzureichend. Dieses Gerät umfasst eine Flusszellen-Temperatursteuerung, die für Basislinienstabilität sorgt.

- **Einfache Wartung**

  Die Lampe kann von der Gerätevorderseite aus ersetzt und die Flusszellenwartung ebenfalls von der Vorderseite aus durchgeführt werden.
  Wenn die Lampe ausgewechselt wird, ist kein schwieriges Ausrichten der optischen Achse notwendig. Darüber hinaus wird die Gesamtbetriebsdauer der Lampe überwacht. Ein kurzer Blick genügt, und Sie wissen, wann die Lampen ersetzt werden müssen.

  Die Belichtungszeiteinstellung und die Lampenbeleuchtungsbedingungen des Fotodioden-Arraydetektors können automatisch optimiert werden, um die Wartung zu vereinfachen.

  Die Wellenlängengenauigkeit wird automatisch vom UV- bis zum sichtbaren Wellenlängenbereich überprüft, wobei das integrierte Holmiumoxidfilter-Absorptionsspektrum und Deuterium-Emissionslinienspektrum verwendet werden, was eine einfache Leistungsüberprüfung ermöglicht.

- **UV-Detektorfunktionalität für mehrere Wellenlängen**

  Chromatogramme können über den Analogausgabeanschluss an der Rückseite des Geräts an einen externen Integrator ausgegeben werden. Es können bis zu vier Wellenlängen ausgegeben werden, wodurch der SPD-M20A als UV-Detektor für mehrere Wellenlängen eingesetzt werden kann.

- **Netzwerkunterstützung, Web-Steuerung**

  Dieser Detektor kann über einen Standard-Ethernet-Anschluss mit einem PC-Netzwerk verbunden werden. Wird eine LAN-Umgebung geschaffen, kann ein dezentraler PC die Geräteeinstellungen vornehmen und den Gerätebetrieb überwachen.

  Mit Hilfe eines PC-Web-Browsers (z. B. Internet Explorer), der mit diesem Detektor verbunden wird, ist eine Remote-Einstellung der Analysebedingungen und ein Remote-Start der Analyse möglich.

1.3 Komponenten

Das Gerät besteht aus den im Folgenden aufgeführten Standardkomponenten. Überprüfen Sie nach dem Auspacken des Gerätes anhand dieser Liste die Vollständigkeit der Komponenten.
Je nach der vorgesehenen Netzspannung enthält die Lieferung unterschiedliche Standardkomponenten. (Siehe unten.) Überprüfen Sie nach dem Auspacken des Gerätes, dass die richtigen Typen der Komponenten in der richtigen Stückzahl geliefert wurden.

Komponenten	Teile-Nr.	Menge	Anmerkung
SPD-M20A			
Netzkabel (100 V, 120 V)	071-60816-12	1	Nicht mit 230 V geliefert.
Netzkabel (230 V)	071-60825-51	1	Nicht mit 100 oder 120 V geliefert.
Adapter KPR-1	071-60813	1	Nicht mit 120 oder 230 V geliefert.
Handbuch (japanische Version)	228-30769	1	Nicht mit 120 oder 230 V geliefert.
Handbuch (englische Version)	228-30770	1	Nicht mit 100 V geliefert.
Spritzenadapter	228-15672-91	1	
Spritze	046-00001	1	
Dichtung	228-35097-03	10	
Leitungsverschraubung, PEEK	228-18565	4	
PEEK-Kapillare	670-10324-01	1	PEEK (braun) ϕ1,6 × ϕ0,25 × 500 mm
ETFE-Kapillare	228-18495-06	1	ETFE (weiß) ϕ1,6 × ϕ0,25 × 2000 mm
Event-Kabel	228-28253-91	1	Schwarzweißes Kabel
Abflussadapter	228-42204	1	
Abfluss OUT, STD	228-42205	1	
Abfluss OUT, CTO	228-42206	1	
Platte W	228-34397	1	
Schraubenschlüssel, 2 Stecksockel, 6 × 8	086-03003	1	
Silikonkautschukleitung	016-31350-52	1	Silikonkautschuk (weiß) ϕ10 × ϕ7 × 1000 mm
Gerader Kapillarenanschluss	228-28163	1	
L-Verbindungsstück	035-61561-12	1	
Ethernet-Kabel, 2 m	088-81104-11	1	2 m Falls eine andere Kabellänge als zwei Meter erforderlich ist, bitte ein Kabel separat erwerben.
CD-ROM für SPD-M20A	228-44245-91	1	
Behördliche Informationen	228-90055	1	

1.4 Für den Betrieb benötigt

Für den Gerätebetrieb sind ein PC und eine Netzwerkumgebung erforderlich.

Option	Teile-Nr.	Anmerkung
LC-Workstation LCsolution Multi-PDA	-	
LC-Workstation CLASS-VP Multi-PDA	-	
Hub	- (Kommerziell erhältlich)*1	100M Switching Hub
Ethernet-Kabel	- (Kommerziell erhältlich)*1	Kategorie 5 UTP Ethernet-Netzwerkkabel*1 (Straight-through-Kabel)
PC-System	-	Muss empfohlene PC-Spezifikationen in der folgenden Tabelle erfüllen

*1: Details über die zu verwendenden Hubs und Ethernet-Kabel erhalten Sie bei Ihrer Shimadzu-Vertretung.

■ Empfohlene PC-Spezifikationen

Ein PC und optionale Ausrüstung mit den folgenden Spezifikationen sind erforderlich.
Weil die Speicheranforderungen von der Systemkonfiguration abhängen, wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung, um detaillierte Angaben zu erhalten.

Gegenstand	Beschreibung
OS	Japanische Version: Windows 2000 (Japanische Version) SP2 oder neuer, oder Windows XP Professional SP1a oder neuer Englische Version Windows 2000 (Englische Version) SP2 oder neuer, oder Windows XP Professional SP1a oder neuer
CPU	AMD Duron 750 MHz (äquivalent zu Pentium III 766 MHz) oder schnellerer Prozessor (Pentium III 1 GHz-äquivalent oder schneller)
RAM	Mindestens 256 MB Falls gleichzeitig zwei oder mehr Systeme verbunden oder das Post Run-Programm gleichzeitig für mehrere Systeme gestartet wird, sind pro System 64 MB erforderlich. Falls ein PDA verwendet wird, sind pro Gerät weitere 64 MB erforderlich. Weitere 64 MB sind erforderlich, wenn CLASS-Agent verwendet wird. Neben den angegebenen Kapazitätswerten sind 128 MB erforderlich, wenn eine PDF-Ausgabe erfolgt.
Festplattenkapazität	Mindestens 10 GB
Anzeige	1024 × 768 oder höhere Auflösung mit mindestens High Color (65.536 Farben)
Drucker	Mit installierter Version von Windows kompatibel. (Funktional überprüfter Drucker wird empfohlen)
Sonstige erforderliche Peripheriegeräte	CD-ROM- und 1,44 MB 3,5 Zoll-Diskettenlaufwerke notwendig.
RS-232C-Anschlüsse	Ein Anschluss für jedes direkt verbundene LC-System notwendig.
Ethernet-Anschluss	100 Base-TX

1.5 Optionale Teile

Im Folgenden finden Sie eine Aufstellung der für dieses Gerät verfügbaren optionalen Einheiten. Informationen über weitere optionale Einheiten, die nicht im Folgenden aufgeführt sind, erhalten Sie bei Ihrer Shimadzu-Vertretung.

■ Optionale Flusszellen

Option	Teile-Nr.	Merkmale
Temperaturgesteuerte Semimicro-Flusszelle	228-45605-92	Flusszelle für Semimicro-Analyse. Temperatursteuerung möglich. Pfadlänge : 5 mm Zellvolumen : 2,5 µl Materialien in Flüssigkeitskontakt : SUS316L, Quartz, PFA
Micro-Flusszelle	228-25293-93	Flusszelle für Micro-Analyse. Pfadlänge : 3 mm Zellvolumen : 210 nl Materialien in Flüssigkeitskontakt : SUS316, Quartz, PFA
Inertflusszelle	228-34187-91	Flusszelle, bei der Teile mit Flüssigkeitskontakt aus inertem Material (nichtmetallisch) bestehen. Pfadlänge : 10 mm Zellvolumen : 18 µl Materialien in Flüssigkeitskontakt : PEEK, Quartz, PTFE
Präparative Flusszelle (feste Pfadlänge)	228-34188-91	Flusszelle für Fraktionserfassung. Optische Pfadlänge bei 0,5 mm fixiert. Pfadlänge : 0,5 mm Zellvolumen : 6,5 µl Materialien in Flüssigkeitskontakt : SUS316, Quartz, PTFE Maximale Förderrate : 150 ml/min
Präparative Flusszelle (variable Pfadlänge)	228-34189-91	Flusszelle für Fraktionserfassung. Durch Auswechseln des gelieferten Einsatzes kann der optische Pfad der Zelle geändert werden. Pfadlänge : 0,1 mm, 0,2 mm, 0,5 mm (variabel) Zellvolumen : 0,8 µl, 1,6 µl, 4,0 µl Materialien in Flüssigkeitskontakt : SUS316, Quartz, PTFE, PCRFE Maximale Förderrate : 150 ml/min

■ Andere Optionen

Option	Teile-Nr.	Merkmale
Luftfilterbaugruppe	228-42622-91	Wird verwendet, wenn der Detektor in einer staubigen Umgebung eingesetzt wird und verhindert, dass Staub in das Gerät gesaugt wird. Die Filterbaugruppe wird an den Lufteinlassöffnungen an beiden Seiten des Geräts installiert. Waschen Sie die Medien im Filter wöchentlich mit Wasser ab. Falls die Medien verstopft werden, kann die Detektorleistung beeinträchtigt werden.
Signalkabel	228-39306-91	Gibt Chromatogramme an einen Integrator aus. Erwerben Sie ein Kabel für jeden Kanal. (Wenn die LC-Workstation-Software zur Steuerung verwendet wird, ist dieses Kabel nicht nötig, weil die Daten über das Ethernet-Kabel übertragen werden.)
Validierungswerkzeuge		Messvalidierungswerkzeuge. "Standardreagenzien für die Validierung" S. 7-6

Leerseite technisch bedingt

2

Darstellung und Funktion der Komponenten

Inhalt

2.1 Frontabdeckung 2-2
2.2 Hinter Front- und linker Abdeckung 2-3
2.3 Bodenplatte 2-4
2.4 Rückseite 2-5
2.5 Namen und Funktionen der Anzeigen 2-6

2.1 Frontabdeckung

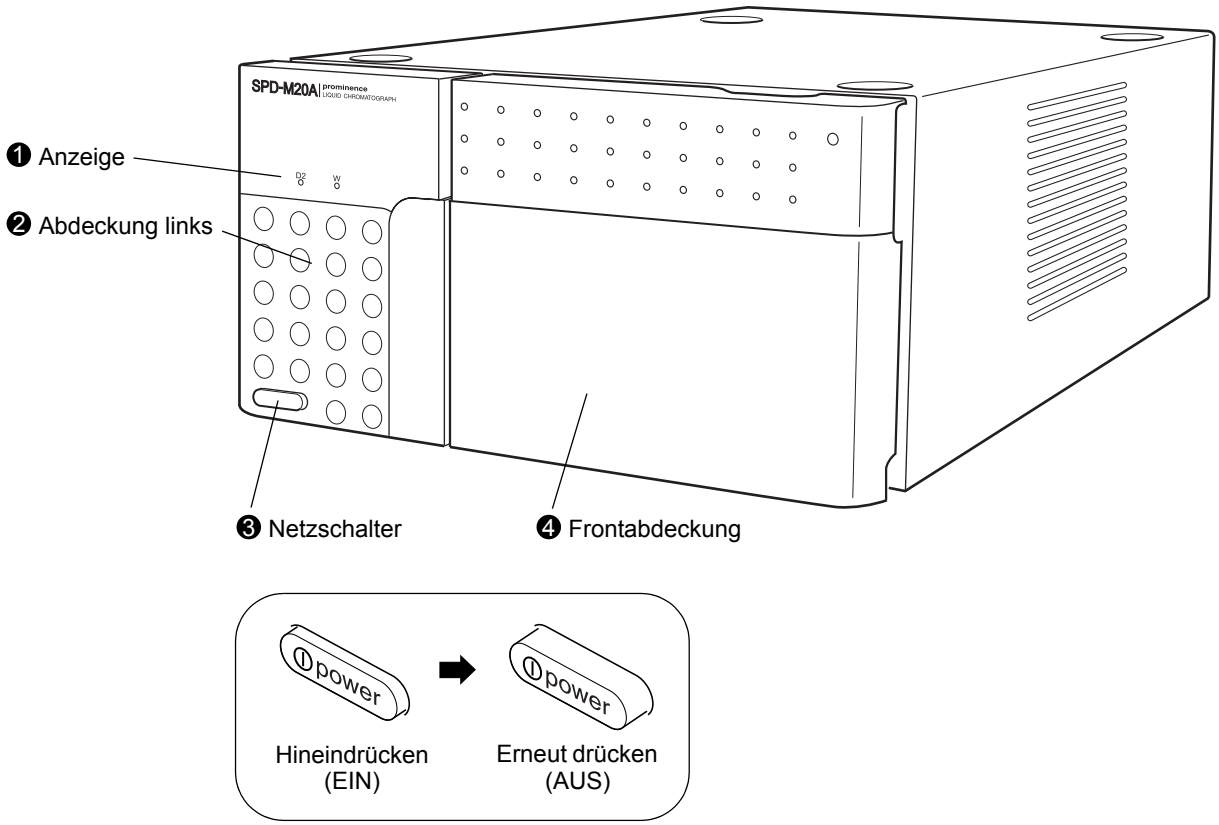


Abb. 2.1

	Name	Beschreibung
❶	Anzeige	Zeigt Status der Lampe und des Geräts an.
❷	Abdeckung links	Wird geöffnet, um die Lampen auszuwechseln.
❸	Netzschalter	Ein- und Ausschalten des Gerätes.
❹	Frontabdeckung	Wird zum Spülen oder Warten der Flusszelle geöffnet.

2.2 Hinter Front- und linker Abdeckung

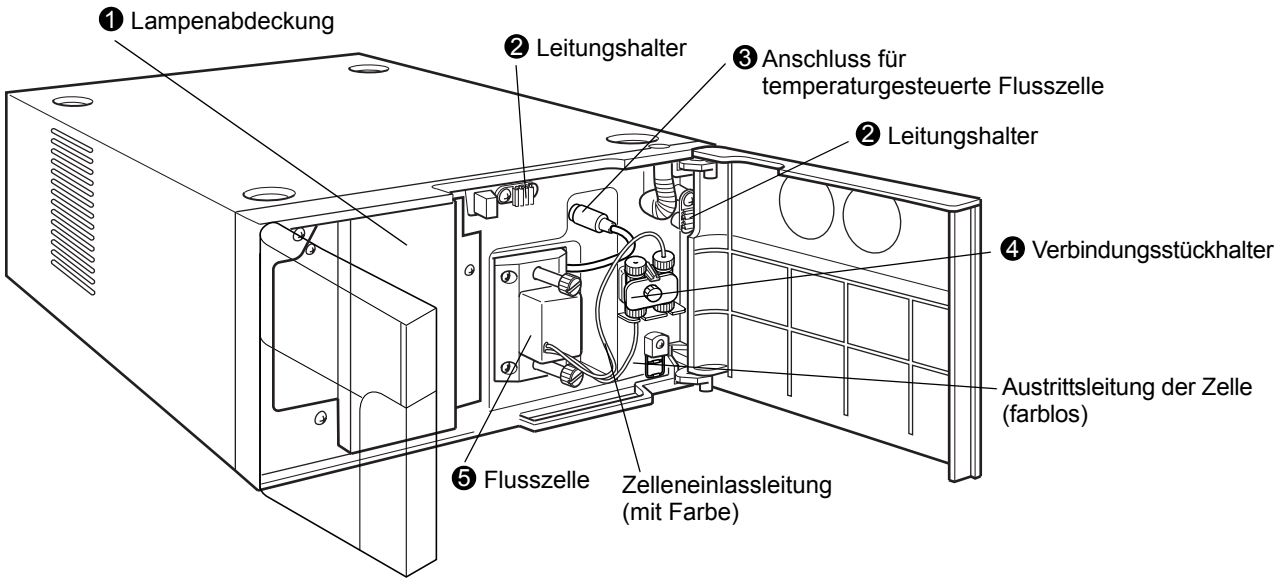


Abb. 2.2

	Name	Beschreibung
❶	Lampenabdeckung	Die Lampenabdeckung wird entfernt, um die D2- und W-Lampe zu ersetzen. Nähere Informationen zu diesem Verfahren finden Sie unter "8.4 Ersetzen der Lampen" S. 8-11. Wenn die Lampenabdeckung entfernt wird, wird die Lampe aus Gründen der Sicherheit automatisch abgeschaltet.
❷	Leitungshalter	Damit wird die Leitung befestigt.
❸	Anschluss für temperaturgesteuerte Flusszelle	Hier wird die temperaturgesteuerte Flusszelle angeschlossen.
❹	Verbindungsstückhalter	Mit der Halteplatte und Schraube wird das Verbindungsstück befestigt.
❺	Flusszelle	Diese Flusszelle umfasst eine Temperatursteuerfunktion. Die Flusslinienverbindungen erfolgen mittels des Verbindungsstücks. Die farbige Leitung ist die Zellen-Einlassleitung. (Leitungsfarbe hängt vom jeweiligen Zellentyp ab. Bei Standardzellen ist die Leitung blau, bei Semimicro-Zellen ist sie rot).

2.3 Bodenplatte

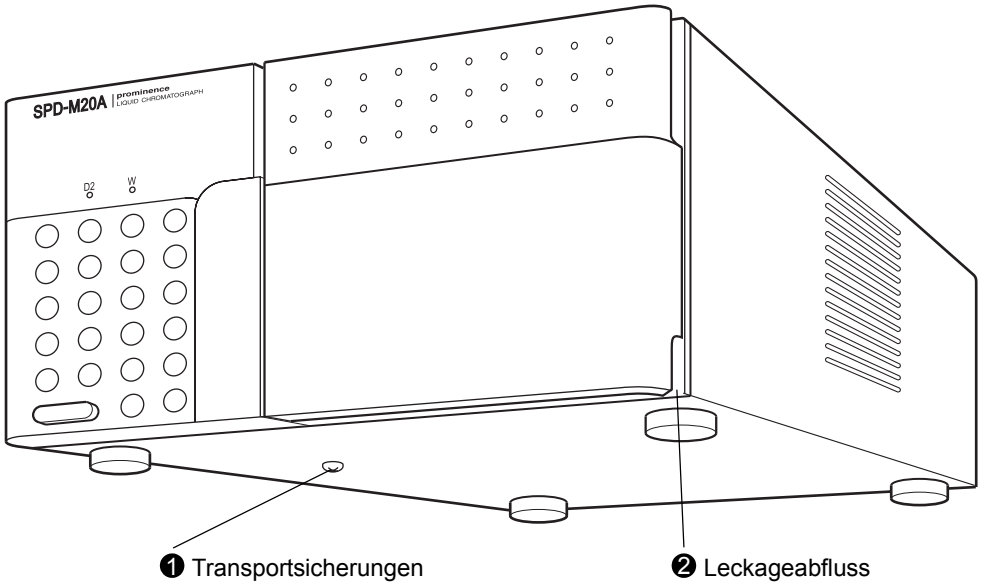


Abb. 2.3

	Name	Beschreibung
❶	Transportsicherungen	Dient zum Schutz der internen Messkomponenten vor Vibrationen beim Transport. Wird nach der Installation entfernt. "9.1 Aufstellung" S. 9-2
❷	Leckageabfluss	Hier wird das im Lieferumfang enthaltene Ablaufrohr angeschlossen. Falls im Gerät Flüssigkeit ausläuft, läuft sie über diese Öffnung ab. "9.1.5 Erstellen der Flusslinienverbindungen" S. 9-11

2.4 Rückseite

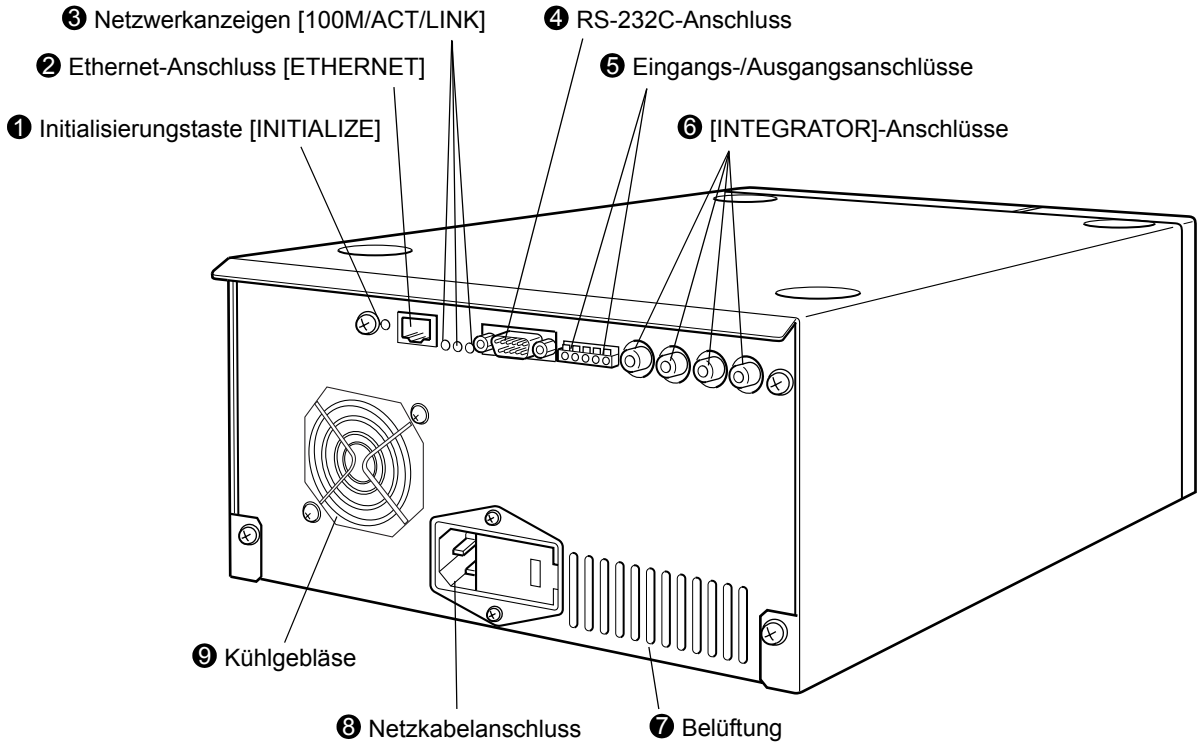


Abb. 2.4

	Name	Beschreibung
❶	Initialisierungstaste [INITIALIZE]	Damit wird das Gerät initialisiert. ☞ "5.3.3 Netzwerkeinstellungen" S. 5-13
❷	Ethernet-Anschluss [ETHERNET]	Wird als Schnittstelle zwischen Steuersignalen und Analysedaten über das Netzwerk eingesetzt. ☞ "9.1.6 Verkabelung" S. 9-18
❸	Netzwerkanzeigen [100M/ACT/LINK]	Diese Anzeigen sind für die Verwendung durch Servicepersonal reserviert.
❹	RS-232C-Anschluss	Dieser Anschluss ist für die Verwendung durch Servicepersonal reserviert.
❺	Eingangs-/ Ausgangsanschlüsse	Dieser Anschluss wird für den Ein-/Ausgang von Analysestart- und -stoppsignalen und Event-Signalen bei Fehlergenerierung verwendet. ☞ "9.1.7 Eingabe-/Ausgabeanschlüsse" S. 9-21
❻	[INTEGRATOR]-Anschlüsse	Dienen zum Anschließen eines Integrators und ermöglichen die Ausgabe von bis zu 4 Analogsignalkanälen. ☞ "5.2 Gesamtbetriebsablauf" S. 5-3.
❼	Belüftung	Damit wird Kühlluft entfernt. (Das Gerät muss so aufgestellt werden, dass mindestens 100 mm Abstand zwischen der Rückseite und der nächsten Wand bestehen).
❽	Netzkabelanschluss	Hier wird das Netzkabel angeschlossen. Im Anschluss ist auch ein Sicherungshalter untergebracht. ☞ "8.7 Ersetzen von Sicherungen" S. 8-19 ☞ "9.1.3 Stromanschluss" S. 9-6.
❾	Kühlgebläse	Kühlt das Innere des Gerätes.

2.5 Namen und Funktionen der Anzeigen

Die Anzeige ermöglicht die Überprüfung des Gerätestatus.

HINWEIS

Der Anzeigebildschirm kann während des Gebrauchs heiß werden.

2.5.1 Anzeigefeld

Das Anzeigefeld besteht aus LED-Leuchten und einer Statusanzeige.
Im Folgenden finden Sie eine Aufstellung der Namen und Funktionen der Bildschirms und der LEDs.

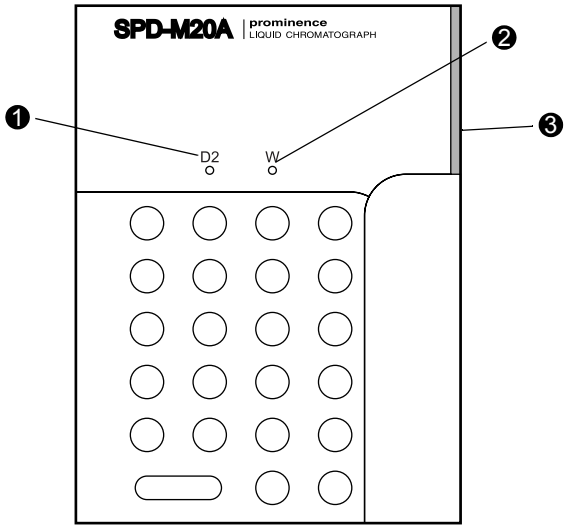


Abb. 2.5

	Name	Beschreibung
❶	D2 (D2-Lampe (Deuterium))	Leuchtet auf, wenn die D2-Lampe eingeschaltet ist. Die LED blinkt, so lange die Lampe auf Betriebstemperatur erwärmt wird.
❷	W (W-Lampe (Wolfram))	Leuchtet auf, wenn die W-Lampe eingeschaltet ist. Die LED blinkt, so lange die Lampe auf Betriebstemperatur erwärmt wird.
❸	Statusanzeige	Grün : wenn das Gerät eingeschaltet ist. Rot : wenn ein Fehler generiert wurde. Orange : im "Sleep"-Modus.

3

Vorbereitung

Inhalt

3.1 Sicherheitsmaßnahmen beim Betrieb des Gerätes 3-2
3.2 Ein- und Ausschalten des Gerätes..... 3-4

3.1 Sicherheitsmaßnahmen beim Betrieb des Gerätes

■ Betriebsvorbereitungen

Nachdem das Gerät gestartet oder eine Lampe eingeschaltet wurde, dauert es etwas, bis sich die Basislinie stabilisiert hat.
Wenn eine hohe Empfindlichkeit erforderlich ist, schalten Sie die Lampe früh genug an und berücksichtigen Sie die für die Stabilisierung der Basislinie notwendige Zeit. Als Richtlinie gilt: Die Stabilisierung dauert ab dem Anschalten ca. 1,5 Stunden.

■ Leistungsprüfung

Folgende Punkte sind bei der täglichen Leistungsprüfung zu überprüfen:
- Entfernen von Blasen in der Flusszelle und Prüfen auf ausgetretene Flüssigkeit
- Lampenenergie
- Wellenlängengenauigkeit

☞ Einzelheiten finden Sie unter "8 Wartungsarbeiten" S. 8-1.
Angaben zu den Bestandteilen von regelmäßigen Leistungsprüfungen finden Sie unter "7.5 Validierung: Detektor" S. 7-7.

■ Sicherheitsmaßnahmen für die Wellenlängenkalibration und Prüfung der Wellenlängengenauigkeit

Bei der Durchführung der Wellenlängenkalibration oder der Prüfung der Wellenlängengenauigkeit führen Sie eines der folgenden Flusszellen-Vorbereitungsverfahren durch.
- Spülen Sie die Flusszelle mit einer mobilen Phase, die im Wellenlängenbereich über 230 nm keine Absorption aufweist (Wasser, Acetonitril (Essigsäurenitril), Methanol usw.).
- Füllen Sie die Flusszelle mit einer der oben genannten mobilen Phasen.
- Reinigen Sie die Flusszelle mit Luft oder Stickstoff.

HINWEIS

Die Wellenlängenkalibration und die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit umfassen die standardmäßige Messung der Lampenenergie bei den Emissionslinien-Wellenlängen der D2-Lampe (656,0 nm, 486,1 nm) und bei den Holmiumoxidfilter-Absorptionswellenlängen (360,8 nm, 287,6 nm). Falls die Flusszelle Luftblasen oder Rückstände einer lichtabsorbierenden Probe enthält, wird der Vorgang evtl. nicht ordnungsgemäß durchgeführt.

■ Sicherheitsmaßnahmen während des Betriebs des Geräts

Während der Messung muss die Abdeckung geschlossen werden.
Durch Öffnen der linken oder der Frontabdeckung während der Messung bei hoher Empfindlichkeit kann es zu Basislinienfluktuationen und Rauschen kommen.

■ Sicherheitsmaßnahmen nach dem Betrieb des Gerätes

Die häufigsten Problemursachen an diesem Gerät sind eine verschmutzte Flusszelle und eine verstopfte Flusszellenleitung. Nach der Analyse von Proben hoher Konzentration die Flusszelle mit einer mobilen Phase spülen, um zu gewährleisten, dass keine Probe in der Flusszelle verbleibt.
Wenn darüber hinaus eine Pufferlösung als mobile Phase verwendet wurde, die Pufferlösung nach Abschluss der Analyse durch Wasser ersetzen. Kristalle, die beim Trocknen der Pufferlösung entstehen, können die Flusszellenleitungen verstopfen.

3.2 Ein- und Ausschalten des Gerätes

1 Drücken Sie den Netzschalter, um das Gerät einzuschalten. Drücken Sie den Schalter erneut, um es auszuschalten.

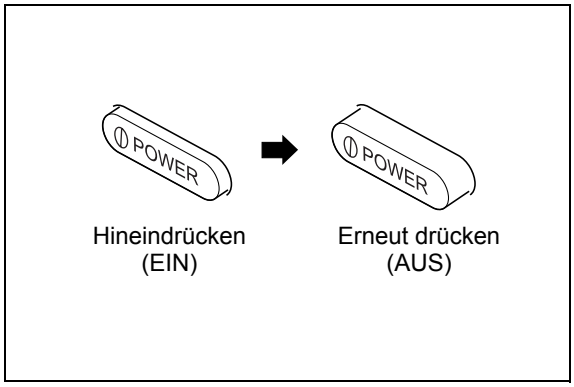


Abb. 3.1

• Initialisierung beim Einschalten

Wenn das Gerät eingeschaltet wird, findet folgende Initialisierungsabfolge statt.

❶Die Statusanzeige leuchtet grün auf.

❷Wenn die LEDs der D2- und der W-Lampe eingeschaltet werden, wird die Statusleuchte rot. (Dies bedeutet nicht, dass ein Fehler vorliegt).

❸Die Statusanzeigeleuchte wird wieder grün und die LEDs der D2- und der W-Lampe blinken abwechselnd auf. Währenddessen werden die Ausgangspositionsdetektion des Motors und die Schlitzinitialisierung durchgeführt.

❹Danach blinken die LED-Leuchten schneller und die Lichtquellenleuchten werden eingeschaltet. Nachdem die Lichtquellenleuchten aktiviert sind, hören die LED-Leuchten auf, zu blinken.

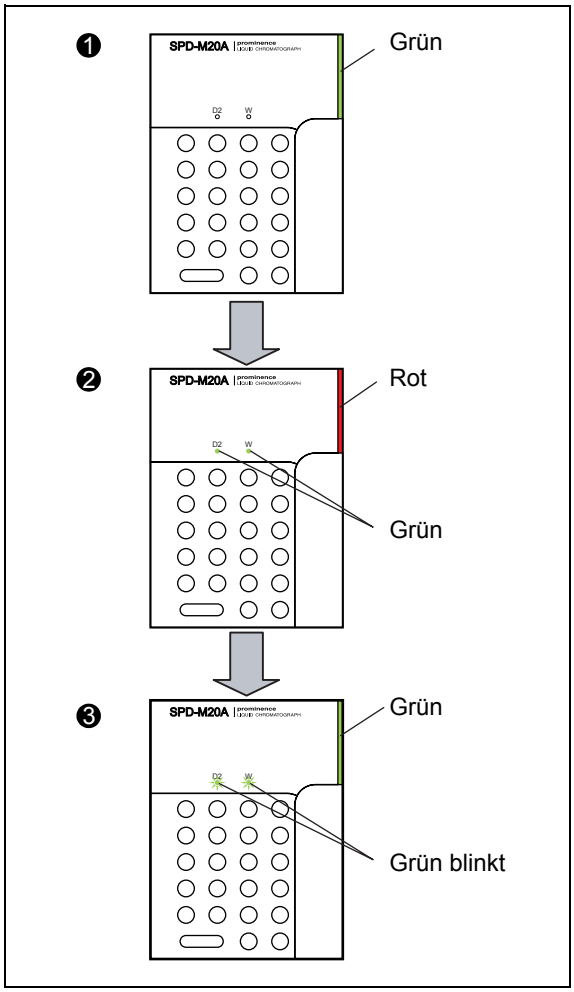


Abb. 3.2

HINWEIS

- Die Einstellung, die bestimmt, welche Lampe aufleuchtet, wird anhand der beim Abschalten geltenden Bedingungen beibehalten.
- Tritt ein Fehler auf, wird die Statusanzeige-LED rot.

4

Grundfunktionen

Inhalt

4.1 Einstellen der Geräteparameter 4-2

4.1 Einstellen der Geräteparameter

Die Parameter, die vor der Durchführung der Analyse eingestellt werden müssen, werden in der nachstehenden Tabelle mit dem jeweiligen Einstellungsbereich (Mindestintervall) und dem Standardwert aufgeführt. Alle Parameter werden mit Hilfe einer LC-Workstation auf einem PC eingestellt. Angaben zum Einstellungsverfahren sind dem LC-Workstation-Handbuch zu entnehmen.

Parameter	Bereich	Schritte	Anfangswert	Betroffene Leistung	Ergebnis bei Erhöhung
Belichtungszeit	10 - 500 ms	1 ms	Für jedes Gerät bei Lieferung justiert	Empfindlichkeit	Rauschen nimmt ab * Bei zu starker Erhöhung wird die Lampenenergie gesättigt.
Bandbreite	1 nm	1 nm	4 nm	Empfindlichkeit, Spektrumauflösung	Rauschen nimmt ab, Spektrumauflösung nimmt ab.
Spaltbreite	1,2 nm, 8 nm	Wechseln	1,2 nm	Empfindlichkeit, Spektrumauflösung	Rauschen nimmt ab, Spektrumauflösung nimmt ab.
Wellenlänge	190 - 800 nm	1 nm	220, 250, 300, 600 nm (Standardeinstellungen Analogausgabe)	Empfindlichkeit, Selektivität	
Datenaufnahme	25, 80, 160, 240, 320, 640, 1280, 2000 ms	Wechseln	640 ms	Empfindlichkeit, Datengröße	Zeitauflösung nimmt ab, Datengröße nimmt ab
Zeitkonstante	25, 80, 160, 240, 320, 640, 1280, 2000 ms, 0 (AUS)	Wechseln	640 ms	Empfindlichkeit	Rauschen nimmt ab * Falls zu stark erhöht, werden scharfe Peaks abgeflacht.
Lampenauswahl	D2, W, D2+W, AUS	Wechseln	D2 + W	Lampenwellenlänge D2 : 190 - 600 nm W : 370 - 800 nm D2 + W:190 - 800 nm	
Temperatur der Flusszelle	0 (AUS) 9-50 °C (mehr als 5 °C über Umgebungstemperatur)	1 °C	40 °C	Empfindlichkeit	

■ Belichtungszeit

Die Belichtungszeit ist die Länge der Zeit, die das Lichtdetektions-Fotodiodenarray (Photodiode Array oder PDA) Licht ausgesetzt wird.
Wenn die Belichtungszeit zunimmt, erhöht sich die vom PDA empfangene Lichtmenge, während das Rauschen abnimmt. Ist die Belichtungszeit aber zu lang, werden die PDA-Elemente gesättigt und die Messung kann nicht vorgenommen werden.

In diesem Gerät wird der optimale Wert * automatisch eingestellt.

☞ "8.5 Einstellung der Belichtungszeit"

* Der maximale Wert des Lichtquellenspektrums wird automatisch auf 90 % des Sättigungspegels eingestellt. Wird die Belichtungszeit automatisch eingestellt, werden die optimalen Werte für den 1,2 nm und den 8 nm Schlitz bestimmt.

■ Bandbreite

Die Bandbreite drückt die Breite des Wellenlängenbereichs für die Durchschnittsbestimmung der Absorptionswerte aus.

Beispiel: Messwellenlänge 250 nm, Bandbreite ±4 nm
→ durchschnittliche Messwerte über Wellenlängen von 246 - 254 nm

Wenn die Bandbreite zunimmt, nimmt das Rauschen ab, doch nimmt auch die Spektrumauflösung ab. Normalerweise wird dieser Wert auf 4 eingestellt.

■ Spaltbreite

Dieses Gerät ermöglicht je nach Analyseanforderungen eine Wahl zwischen zwei Spaltbreiten, 1,2 nm und 8 nm. Wird die Spaltbreite 8 nm verwendet, nimmt die Spektrumauflösung etwas ab, doch wird das Rauschen reduziert und das Signal-Rauschen-Verhältnis verbessert. Wenn die Spektrumauflösung vor dem Signal-Rauschen-Verhältnis Priorität hat, verwenden Sie den 1,2 nm Spalt.

■ Wellenlänge

Damit wird die Wellenlänge des anzuzeigenden Chromatogramms eingestellt.
Im Falle eines PDA-Detektors ist es aufgrund der Tatsache, dass dreidimensionale Daten aufgezeichnet werden können, möglich, andere Wellenlängen zu überwachen, so lange sie innerhalb des Aufzeichnungswellenlängenbereichs liegen.

Dieses Gerät ist mit vier Analogausgabe-Kanälen ausgerüstet, so dass es als Mehrkanal-UV-Detektor eingesetzt werden kann. Einzelheiten zum Verfahren zur Einstellung der Wellenlänge finden Sie unter "5.2 Gesamtbetriebsablauf" S. 5-3.

• Referenzwellenlänge

Falls die Referenzwellenlängen-Subtraktion aktiviert ist, erfolgt die Subtraktion zwischen den Absorptionen der Messungs- und der Referenzwellenlänge. Dies ist der Fall, wenn nur die D2-Lampe aufleuchtet.
Der Standardwert beträgt 350 ±20 nm. Stellen Sie die Referenzwellenlänge mindestens 20 nm von der Messwellenlänge ein.

Beispiel: Referenzwellenlänge 350 ±20 nm
→ die Messwellenlänge muss unter 310 nm oder über 390 nm liegen.
Messwellenlänge = Referenzwellenlänge ±20 nm

HINWEIS

Falls die Probe die Referenzwellenlänge absorbiert, ist beim Umgang mit den Daten Vorsicht angebracht. Wenn die Referenzwellenlängen-Subtraktion im simultanen Beleuchtungsmodus D2 + W durchgeführt wird, kann es zu einer Erhöhung des Rauschens im sichtbaren Wellenlängenbereich kommen. Verwenden Sie den D2-Beleuchtungsmodus für die Referenzwellenlängen-Subtraktion.

• Aufzeichnungs-Wellenlängenbereich

Damit wird der Wellenlängenbereich eingestellt, in dem die Aufzeichnung durchgeführt wird. Der Wellenlängen-Messbereich dieses Gerätes beträgt 190 nm - 800 nm, doch kann die Datengröße reduziert werden, indem nur der erforderliche Teil dieses Bereichs aufgezeichnet wird.
Falls eine Referenzwellenlänge verwendet wird, muss bis zum oberen Grenzwert der Referenzwellenlänge aufgezeichnet werden.

Beispiel: Messwellenlänge Kanal 1 210 nm ±4 nm
Messwellenlänge Kanal 2 250 nm ±4 nm
Referenzwellenlänge 350 nm ±20 nm

In diesem Fall stellen Sie den Aufzeichnungswellenlängenbereich auf 200 nm - 370 nm ein.

■ Datenaufnahme

Hierbei handelt es sich um das Intervall, in dem Daten ausgegeben werden. Die Ausgabedaten sind die Mittelwerte aller Datenpunkte in einem Datenaufnahmeintervall.

Beispiel: Belichtungszeit 20 ms, Datenaufnahmeintervall 2000 ms
→Der Durchschnitt von 2000 / 20=100 Datenpunkten wird alle 2000 ms ausgegeben.

Wird das Intervall verringert, nimmt die Anzahl der Messpunkte pro Zeiteinheit zu, wodurch die quantiativen Ergebnisse verbessert werden. Die Datengröße nimmt aber entsprechend zu.
Als Richtlinie gilt, dass ca. 30 Messpunkte innerhalb des Analytpeaks für die Quantifizierung ausreichen.

Wenn die Quantifizierung für einen schnell eluierenden, scharfen Peak durchgeführt wird, legen Sie einen kleinen Wert fest.

Beispiel: Wenn die Peakbreite (Zeit vom Peakbeginn bis zum Peakende) 30 Sekunden beträgt, stellen Sie das Intervall auf 1 Sekunde ein.

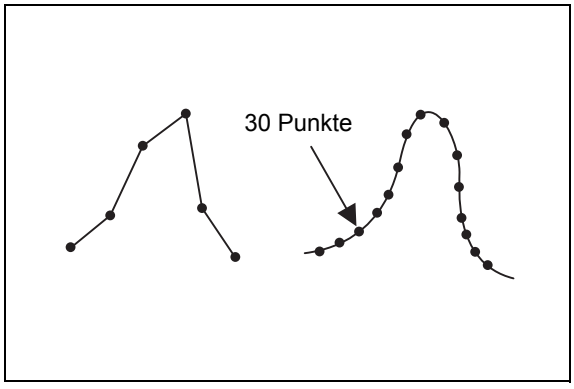


Abb. 4.1

■ Zeitkonstante (Reaktion)

Die Zeitkonstante wird zur Reduzierung von Rauschen eingesetzt. Je mehr die Reaktionszeit erhöht wird, um so größer wird die Rauschreduzierung. Wird die Zeitkonstante aber zu sehr erhöht, nimmt die Peakhöhe ab. Normalerweise wird die Zeitkonstante auf den gleichen Wert wie das Datenaufnahmeintervall eingestellt.

■ Lampenauswahl

Dieses Gerät verwendet eine D2- und eine W-Lampe als Lichtquellen, die ein Absorptionsspektrum im Wellenlängenbereich von 190 - 800 nm liefern.
Für auf den UV-Bereich beschränkte Messungen verwenden Sie nur die D2-Lampe.

Beleuchtung nur mit der D2-Lampe → 190 - 600 nm
Beleuchtung nur mit der W-Lampe → 371 - 800 nm
Simultane Beleuchtung D2 + W → 190 - 800 nm

■ Temperatur der Flusszelle

Die Auswirkungen der Außentemperaturfluktuation auf die Basislinie werden mit Hilfe der Temperatursteuerfunktion der Flusszelle reduziert. Dies ist besonders effektiv, wenn die mobile Phase eine große Absorption zeigt oder wenn die Probenabsorption temperaturabhängig ist.

Stellen Sie die Temperatur auf einen Wert über (Umgebungstemperatur + 5) °C. Wird sie auf einen Wert darunter eingestellt, kann es schwierig sein, eine Feinsteuerung der Temperatur zu erzielen.
Wird die Temperatursteuerfunktion der Flusszelle nicht verwendet, geben Sie den Wert 0 ein.

- Festlegen von Richtlinien
  Beträgt die Umgebungstemperatur 20 °C-30 °C, stellen Sie die Zellentemperatur auf 40 °C ein.
  Beträgt die Umgebungstemperatur 30 °C-35 °C, stellen Sie die Zellentemperatur auf 50 °C ein.

Leerseite technisch bedingt

5

Bedienung

Inhalt

5.1 Bedienung mittels Web-Browser 5-2
5.2 Gesamtbetriebsablauf 5-3
5.3 Administrator Settings 5-11
5.4 Analogausgabe-Verwendung und Einstellungen 5-19

5.1 Bedienung mittels Web-Browser

Dieses Gerät kann sowohl mit dedizierter Software als auch einem Standard-Web-Browser bedient werden. In diesem Kapitel wird die Bedienung unter Verwendung von Microsoft Internet Explorer erläutert. Es können aber auch andere Web-Browser auf die gleiche Art und Weise eingesetzt werden.
Allgemeine Informationen zur Verwendung des jeweiligen Web-Browsers finden Sie in der Dokumentation zu Ihrem Web-Browser bzw. Computer.

5.1.1 Anwenderprivilegien

Es gibt 3 Stufen von Anwenderprivilegien bei der Anmeldung, "guest", "operator" und "administrator".

Anwender-ID	Angezeigter Bildschirm bei der Anmeldung	Gestattete Vorgänge	Gleichzeitige Anz. von Anmeldungen	Standard-kennwort
guest	Analyseparameter	Parameter anzeigen (keine Änderungen möglich).	Unbegrenzt	Kein Kennwort
operator	Analyseparameter	Parameter bearbeiten, Analyse starten/stoppen. (Administrative Bedingungen können nicht geändert werden)	1	pdauser
administrator	Bildschirm mit Administrator-Einstellungen	Administrative Bedingungen ändern (Systemeinstellungen, Kennwörter usw.), Protokolle anzeigen (Analyseparameter können nicht geändert werden).	1	pdaadmin

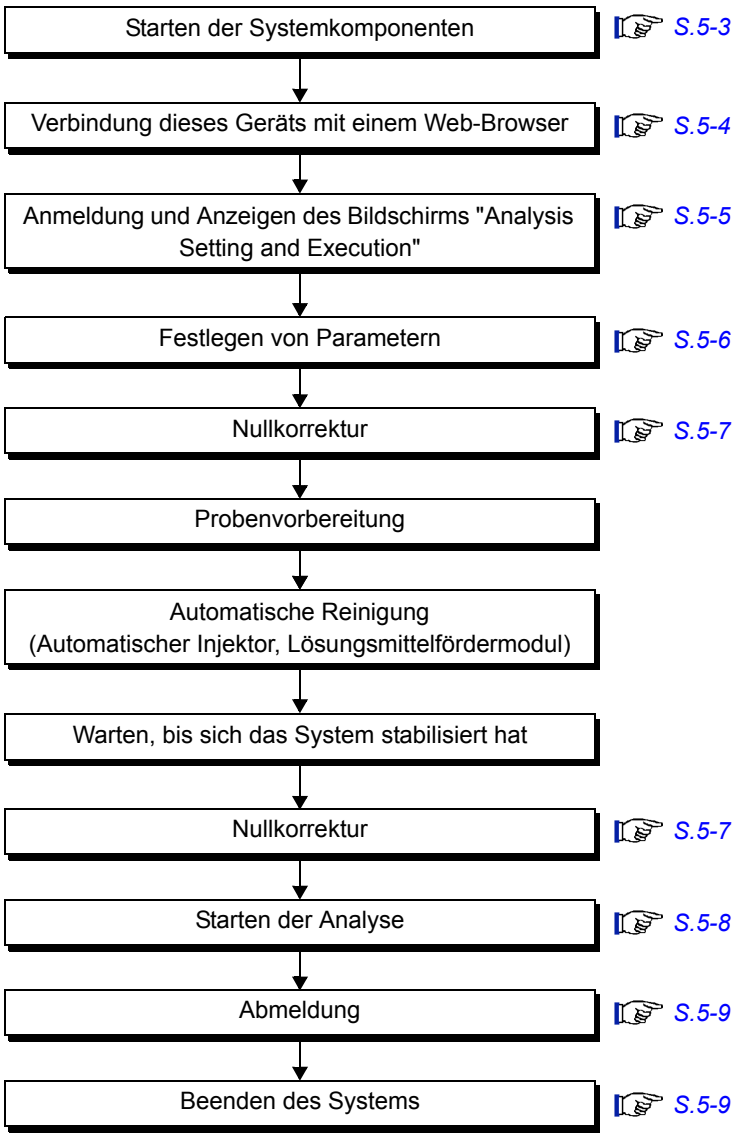
HINWEIS

- Anmeldungsrichtlinien

Während ein Anwender über einen Web-Browser oder einen PC, der dedizierte Software verwendet, als "operator" angemeldet ist, kann sich kein zweiter Anwender als "operator" anmelden. Dies verhindert, dass ein anderer Anwender Parameter ändert, während der erste Anwender Parameter ändert oder eine Analyse durchführt.
Wenn der Computer eines angemeldeten Anwenders abgeschaltet oder der Web-Browser geschlossen wird, kann sich der Benutzer nicht als "operator" anmelden, auch wenn die Verbindung über den Web-Browser wiederhergestellt wird. Unter diesen Bedingungen muss sich der Anwender als "administrator" anmelden und den anderen Anwender mittels der Funktion zur erzwungenen Abmeldung abmelden und sich dann wieder als "operator" anmelden.

5.2 Gesamtbetriebsablauf

Nachstehend wird der grundlegende Betriebsablauf beschrieben.



5.2.1 Starten der Systemkomponenten

1 Schalten Sie das Gerät und die damit verbundenen Komponenten ein.

HINWEIS

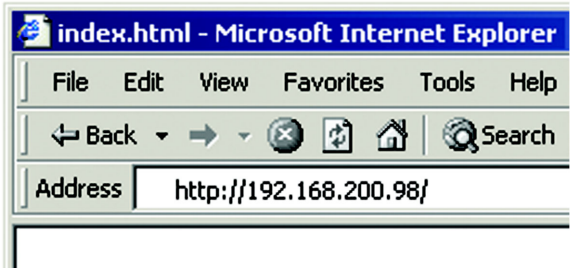
Schalten Sie das Gerät und die anderen Komponenten gleichzeitig oder das Gerät zuletzt ein.

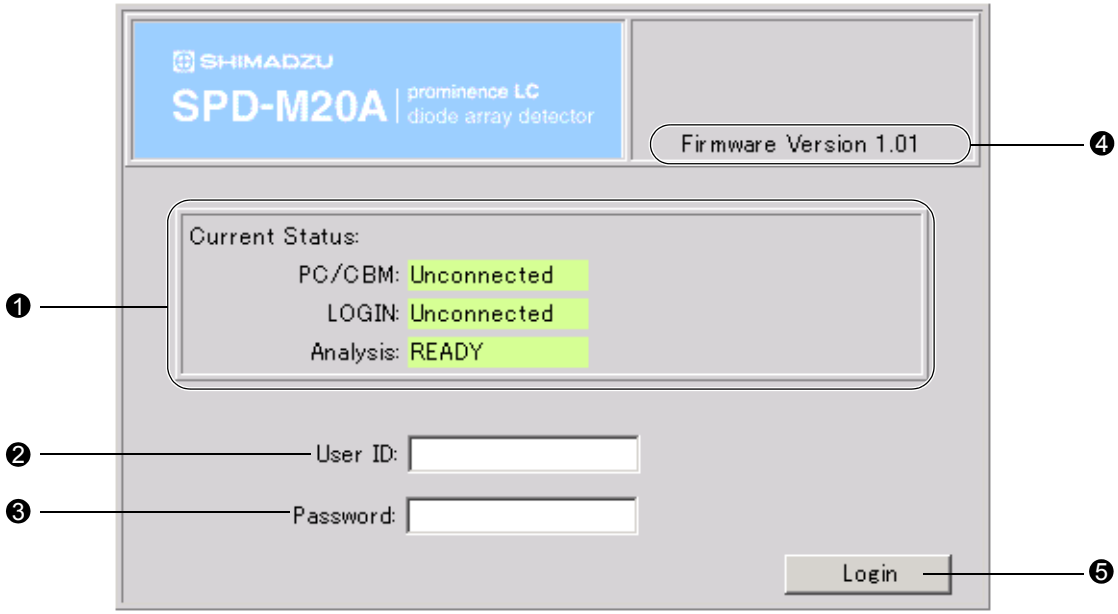
5.2.2 Verbindung dieses Geräts mit dem Web-Browser

1 Schalten Sie den PC ein, der das Gerät steuert.

2 Starten Sie den Web-Browser auf Ihrem PC.

3 Geben Sie bei laufendem Gerät die IP-Adresse des Geräts in das Adressfeld des Browsers ein. Wenn die IP-Adresse des Geräts z. B. 192.168.200.98 lautet, geben Sie "http://192.168.200.98" in das Adressfeld ein. Wenn eine Verbindung mit dem Gerät hergestellt wurde, wird der Anmeldungsbildschirm angezeigt.

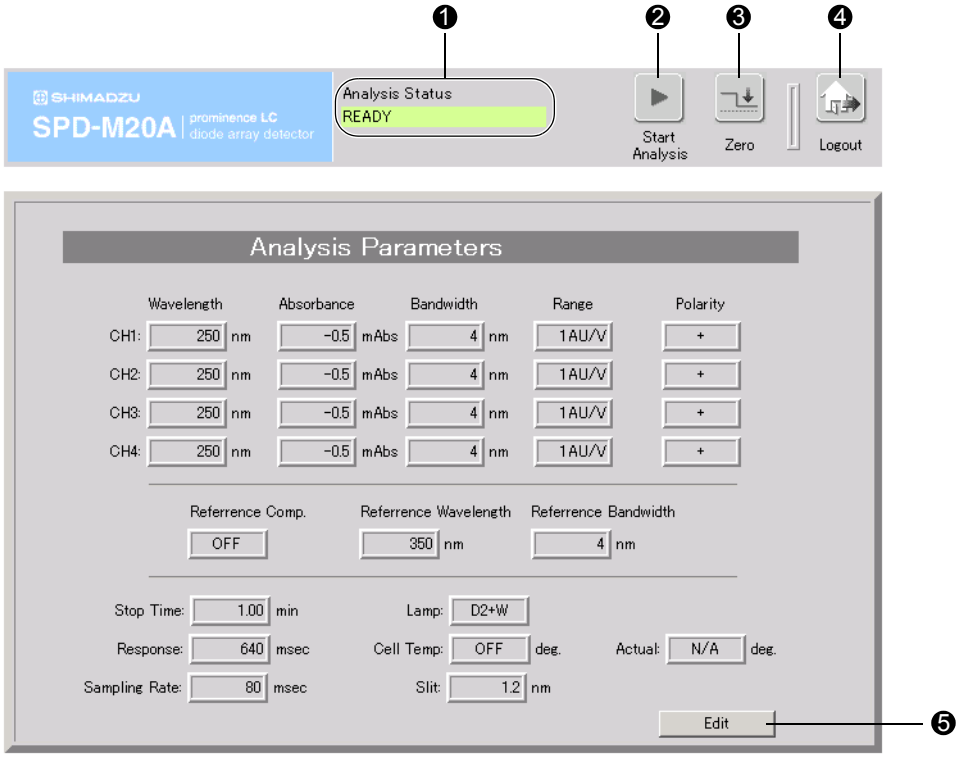




Nr.	Name	Funktion
❶	[Current Status]-Anzeige	Zeigt den Status des Geräts und der Verbindung an. • PC/CBM-Verbindungsstatus: Zeigt den Status des verbundenen PCs oder CBM an. • Login-Status: Zeigt den Anmeldungsstatus "operator" oder "administrator" an. ∗ Anmeldungsstatus "guest" kann nicht identifiziert werden. • Analysis-Status: Zeigt READY/ANALYSIS (Bereit/Analyse) an.
❷	[User ID]	Wird zur Eingabe der ID des verbundenen Anwenders verwendet. "5.1.1 Anwenderprivilegien" S. 5-2
❸	[Password]	Wird zur Eingabe des Kennworts für jeden angemeldeten Anwender verwendet. "5.1.1 Anwenderprivilegien" S. 5-2
❹	Versionsanzeige	Zeigt die Firmware-Version an.
❺	[Login]-Schaltfläche	Führt die Anmeldung aus.

5.2.3 Anmeldung und Anzeigen des Bildschirms "Analysis Setting and Execution"

1 Melden Sie sich als "operator" beim System an.
Der Bildschirm "Analysis Setting and Execution" wird angezeigt.
"5.1.1 Anwenderprivilegien" S. 5-2



Nr.	Name	Funktion
❶	[Analysis Status]	Zeigt an, ob das Gerät gerade analysiert [Analyzing] oder in Bereitschaft [Ready] ist.
❷	[Start Analysis]-Schaltfläche	Startet/stoppt die Analyse. "5.2.6 Starten der Analyse" S. 5-8
❸	[Zero]-Schaltfläche	Führt die automatische Nullkorrektur aus. "5.2.5 Nullkorrektur" S. 5-7
❹	[Logout]-Schaltfläche	Meldet den Anwender auf dem Analysis Parameters-Billdschirm ab. "5.2.8 Beenden des Systems" S. 5-9
❺	[Edit]-Schaltfläche	Startet die Parameterbearbeitung. "5.2.4 Einstellungsparameter" S. 5-6

■ Analysis Parameters (Bei Anmeldung als "guest")

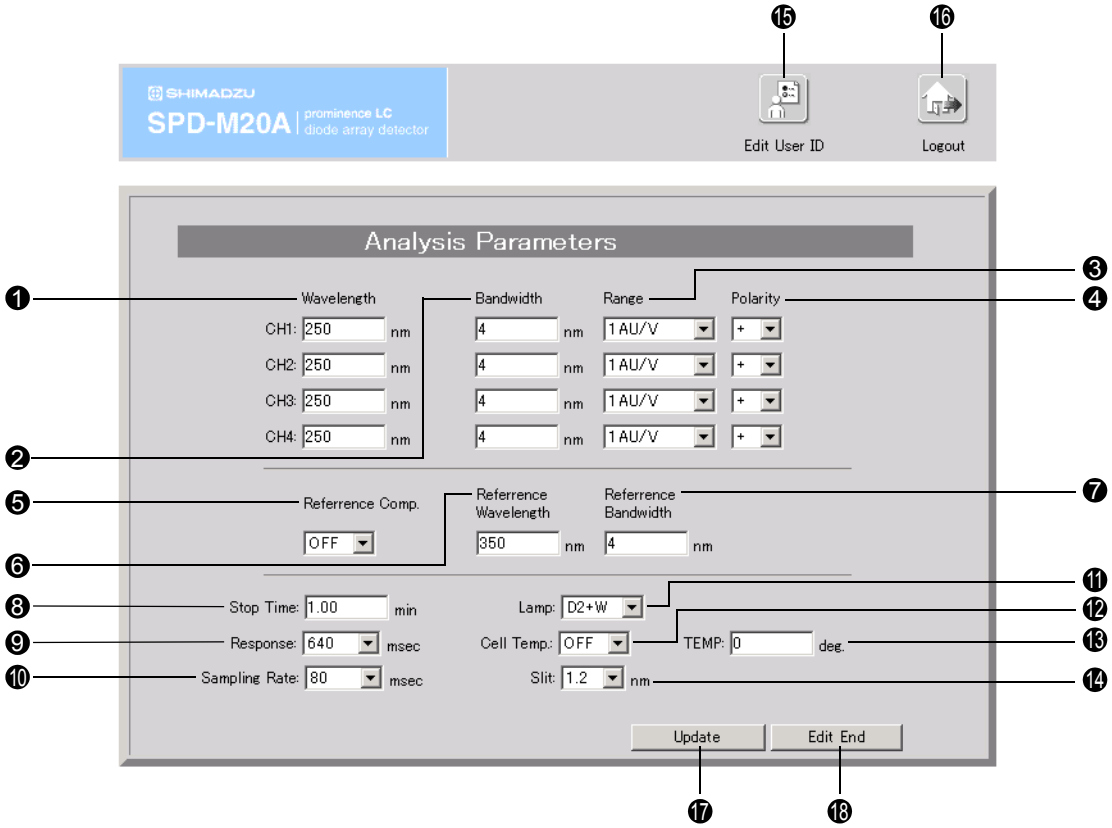
1 Melden Sie sich als "guest" an.
Der Bildschirm "Analysis Parameters" wird angezeigt.
"5.1.1 Anwenderprivilegien" S. 5-2

HINWEIS

Es erscheinen die gleichen Parameter, die bei Anmeldung als "operator" angezeigt werden, doch können keine Parameter geändert werden.

5.2.4 Einstellungsparameter

1 Wählen Sie die Schaltfläche [Edit].
Der Bearbeitungsbildschirm wird angezeigt.



Nr.	Name	Funktion	Einstellungsbereich
❶	[Wavelength]	Stellt die Analogausgabe-Wellenlänge ein.	190 - 800 (nm)
❷	[Bandwidth]	Stellt die Analogausgabe-Bandbreite ein.	1 - 50 (nm)
❸	[Range]	Stellt den Analogausgabebereich ein.	0,5; 1; 2; 4; 1,25; 2,5 (AU/V)
❹	[Polarity]	Stellt die Analogausgabe-Polarität ein.	+, -

Nr.	Name	Funktion	Einstellungsbereich
❺	[Reference Comp.]	Aktiviert/deaktiviert die Referenzwellenlängen-Funktion.	ON, OFF
❻	[Reference Wavelength]	Mittlere Wellenlänge wird als Referenz subtrahiert.	190 - 350 (nm)
❼	[Reference Bandwidth]	Bandbreite der Referenzwellenlänge.	1 - 50 (nm)
❽	[Stop Time]	Legt die Analysestoppzeit fest.	1 - 10000 (min)
❾	[Response]	Digitalfilter-Zeitkonstante.	0, 25, 80, 320, 640, 1280, 2000 (Millisek.)
❿	[Sampling Rate]	Legt das Datenaufnahmeintervall fest.	25, 80, 320, 640, 1280, 2000 (Millisek.)
⓫	[Lamp]	Wird für die Auswahl der Analyselampe verwendet.	OFF, D2, W, D2 + W
⓬	[Cell Temp.]	Legt fest, ob die Temperatursteuerung der Flusszelle aktiviert oder deaktiviert ist.	ON, OFF
⓭	[TEMP.]	Legt die Temperatur der Zelle fest.	9 - 50 °C
⓮	[Slit]	Legt die Breite des variablen Spalts fest.	1,2, 8 (nm)
⓯	[Edit User ID]	Legt die Anwender-ID fest.	-
⓰	[Logout]-Schaltfläche	Abmeldung beim Analysebildschirm.	-
⓱	[Update]-Schaltfläche	Lädt Einstellungen in das Gerät.	-
⓲	[Edit End]-Schaltfläche	Beendet die Parameterbearbeitung.	-

2 Legen Sie Parameter fest.
☞ "4.1 Einstellen der Geräteparameter" S. 4-2

3 Wählen Sie die Schaltfläche [Update].
Die Parameter werden aktualisiert und der Bildschirm "Analysis Setting and Execution" wird angezeigt.
Die Parameter werden im [EEPROM] (nichtvolatiler Speicher) des Geräts gespeichert. Sie gehen daher nicht verloren, wenn das Gerät ausgeschaltet wird.

HINWEIS

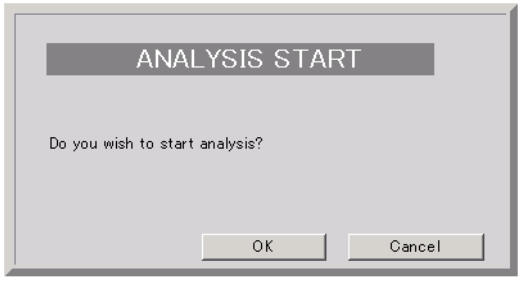
Wenn Parameter mit Hilfe des Systemcontrollers oder von PC-Software (LCsolution usw.) geändert werden, werden sie entsprechend aktualisiert.

5.2.5 Nullkorrektur

1 Wählen Sie die Schaltfläche [Zero].
Die Analogausgabe-Nullkorrekturjustierung wird durchgeführt.

5.2.6 Starten der Analyse

1 Wählen Sie die Schaltfläche [Start Analysis].
Der Bildschirm "ANALYSIS START" wird angezeigt.



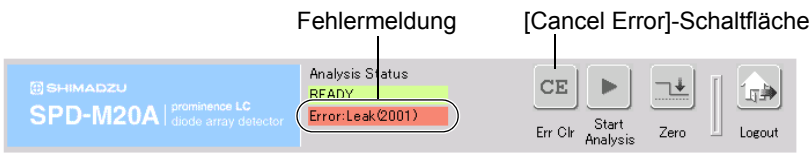
2 Wählen Sie die Schaltfläche [OK].
Die Analyse beginnt und der Bildschirm "Analysis Setting and Execution" wird angezeigt.
Nun wird "ANALYSIS" im Dialogfeld "Analysis Status" angezeigt, und die Schaltfläche [Start Analysis] wird zu [Stop Analysis].

HINWEIS

Wenn der Anwender den Bildschirm "Analysis Parameters" mit "Logout" oder "Close Browser" schließt, ohne die Analyse zu stoppen, kann er sich erst als "operator" anmelden, wenn die Analyse abgeschlossen ist.
In diesem Fall muss der Anwender entweder erst warten, bis die Analyse abgeschlossen ist, oder sich als "administrator" anmelden, einen "Forced Logout" (erzwungenes Abmelden) durchführen und sich dann wieder als "operator" anmelden.

■ Wenn ein Fehler auftritt

Wenn ein Fehler auftritt, wird der folgende Bildschirm angezeigt. Wählen Sie die Schaltfläche [Cancel Error], um den Fehler abzubrechen.
Unter "6.3 Web-Browser-Fehlermeldungen" S. 6-8 finden Sie Angaben zum Inhalt von Fehlermeldungen.

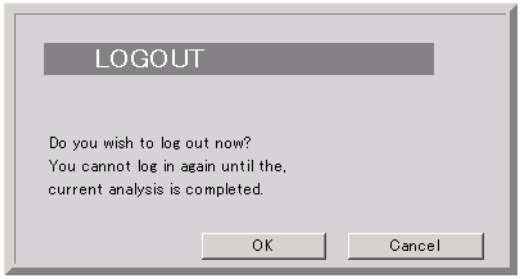


5.2.7 Abmeldung

1 Wird die Schaltfläche [Logout] ausgewählt, enden die "operator"-Privilegien für die Sitzung, und der Bildschirm "Login" wird angezeigt.

HINWEIS

Wird die Schaltfläche [Logout] ausgewählt, ohne dass die Analyse gestoppt wurde, wird der folgende Bildschirm angezeigt.



Wenn Sie hier [OK] wählen, kann der Anwender sich erst als "operator" anmelden, wenn die Analyse abgeschlossen wurde. Ist das nicht gewünscht, wählen Sie [Cancel] und bleiben Sie angemeldet, bis die Analyse abgeschlossen wurde.

5.2.8 Beenden des Systems

Schalten Sie das System aus und beenden Sie den Web-Browser.

1 Schalten Sie das Gerät und die damit verbundenen Komponenten aus.

2 Beenden Sie den Web-Browser.

5.2.9 Erzwungene Abmeldung

HINWEIS

Die folgenden Funktionen der erzwungenen Abmeldung werden vom Gerät unterstützt.

Nr.	Funktion der erzwungenen Abmeldung	Anwenderautorität	Beschreibung
1	Timeout bei ausbleibenden Anwendereingaben	operator, administrator	Meldet Anwender automatisch ab, wenn er einen bestimmten Zeitraum lang keine Eingaben vorgenommen hat. "5.3 Administrator Settings" S. 5-11
2	Erzwungene Abmeldung von "operator"	operator	Administrator meldet einen als "operator" angemeldeten Anwender ab. "5.3 Administrator Settings" S. 5-11
3	Erzwungene Abmeldung von "administrator"	administrator	Während ein Anwender als "administrator" angemeldet ist, meldet sich ein anderer Anwender mit einem anderen Browser als "administrator\" an und erzwingt die Abmeldung des ersten als "administrator" angemeldeten Anwenders. "5.3 Administrator Settings" S. 5-11

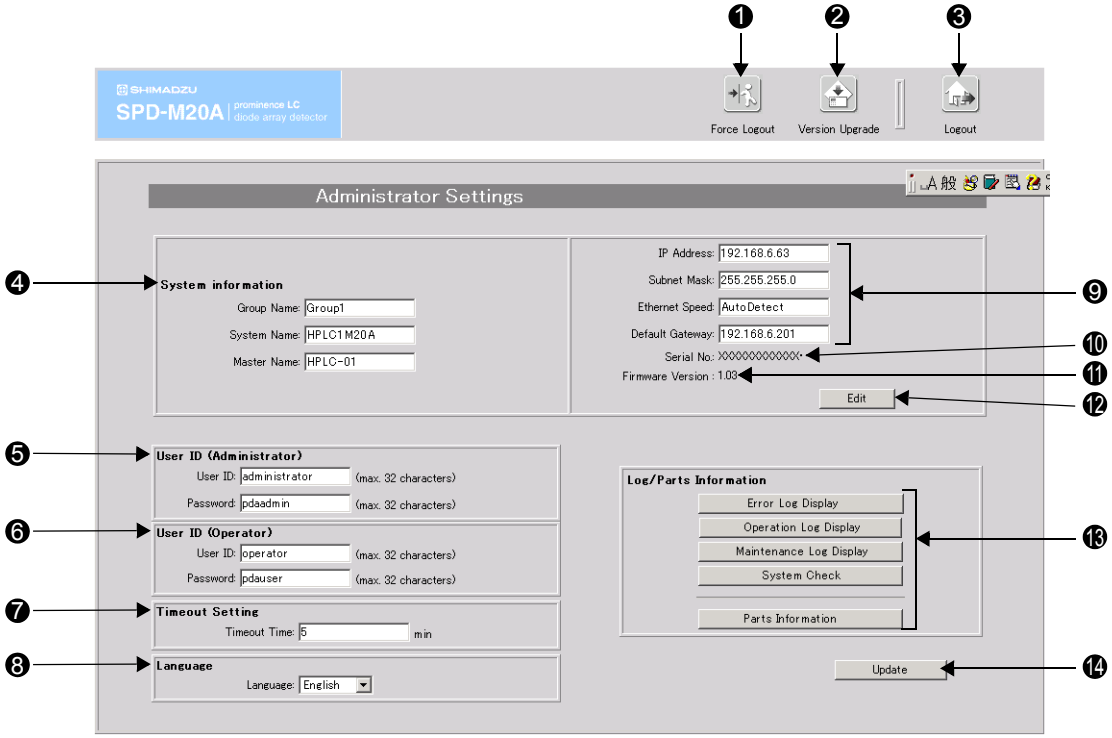
Wenn der Anwender erzwungenermaßen abgemeldet wird, wird der folgende Bildschirm angezeigt.
Durch Wählen von [Return] kehrt der Bildschirm zur Anmeldung zurück ("Login").

5.3 Administrator Settings

5.3.1 Anzeigen des Administrator-Bildschirms (bei Administrator-Anmeldung)

1 Melden Sie sich als "Administrator" beim System an.
Der Bildschirm "Administrator" wird angezeigt.
"5.1.1 Anwenderprivilegien" S. 5-2

2 Ändern Sie die Einstellungen und wählen Sie [Update].
Die neuen Einstellungen werden gespeichert und aktiviert.



Nr.	Name	Funktion	Einstellungsbereich
❶	[Force Logout]-Schaltfläche	Meldet einen als "operator" angemeldeten Anwender erzwungenermaßen ab. Falls gerade eine Analyse stattfindet, wird auch ein Analysestopp erzwungen.	-
❷	[Version Upgrade]-Schaltfläche	Aktualisiert die Firmware-Version. (Vom Servicetechniker durchgeführt.)	-
❸	[Logout]-Schaltfläche	Meldet den Anwender auf dem Administrator Settings-Billdschirm ab.	-

Nr.	Name	Funktion	Einstellungsbereich
❹	[System information]	Legt die Systeminformationen fest. S.5-13	
		Group Name: Legt die Gerätegruppe der LC-20A Serie fest. Standardwert = "ShimadzuHPLC"	Max. 15 Zeichen
		System Name: Legt den Gerätetypnamen fest. Standardwert = "ShimadzuPDA"	Max. 15 Zeichen
		Master Name: Legt den Namen (Kommentar) für den Masterserver fest.	Max. 15 Zeichen
❺	[User ID (Administrator)]	Legt die Anwender-ID und das Kennwort zur Anmeldung mit "administrator"-Privilegien fest. Standardwerte=User ID : "administrator" Password: "pdaadmin" ∗Initialization S.5-13	Max. jeweils 32 Zeichen
❻	[User ID (Operator)]	Legt die Anwender-ID und das Kennwort zur Anmeldung mit "operator"-Privilegien fest. Standardwerte=User ID : "operator" Password: "pdauser"	Max. jeweils 32 Zeichen
❼	[Timeout setting]	Legt die Zeit ohne Aktivitäten durch einen "operator" oder "administrator" fest, bevor die operator-Privilegien deaktiviert werden.	1 - 60 (min)
❽	[Language]	Legt die Sprache der Web-Browser-Bildschirme fest.	Japanese/English
❾	Netzwerkeinstellungen	Zeigen die mit der Ethernet-Verbindung und dem Netzwerk verbundenen Einstellungen an.	
❿	[Serial No.]	Zeigt die Seriennummer des Gerätes an.	
⓫	[Firmware version]	Zeigt die im EEPROM aufgezeichnete Firmware-Version an.	
⓬	[Edit]-Schaltfläche	Öffnet das Fenster mit netzwerkbezogenen Einstellungen. S.5-13	
⓭	[Log/parts information]	Zeigt Protokoll-/Teileinformationen an. • Error Log Display-Schaltfläche S.5-15 • Operation Log Display-Schaltfläche S.5-16 • Maintenance Log Display-Schaltfläche S.5-16 • System Check-Schaltfläche S.5-17 • Parts Information-Schaltfläche S.5-18	
⓮	[Update]-Schaltfläche	Lädt die Einstellungen in das Gerät.	

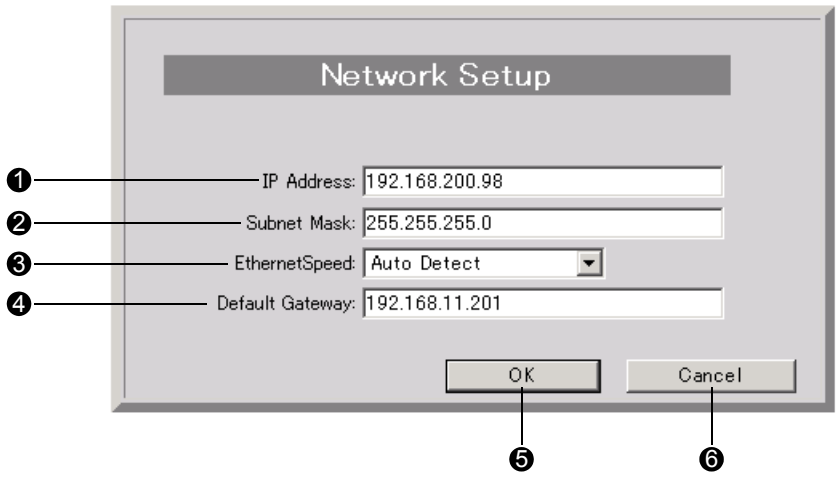
5.3.2 Festlegen von Systeminformationen

Systeminformationen dienen dazu, dass der Systemcontroller Geräte unterscheiden kann. Legen Sie die Informationen fest, wenn Sie durch Verbinden des Geräts mit dem Systemcontroller ein System schaffen. Ausführliche Informationen sind dem Handbuch zum Systemcontroller zu entnehmen.

5.3.3 Netzwerkeinstellungen

1 Wählen Sie die Schaltfläche [Edit].
Der Bildschirm "Network Setup" wird angezeigt.

2 Ändern Sie die Einstellungen und wählen Sie [OK].



Nr.	Name	Funktion
❶	[IP Address]	Legt die IP-Adresse fest.
❷	[Subnet Mask]	Legt die Subnet-Mask fest.
❸	[Ethernet Speed]	Wählt die Ethernet-Geschwindigkeit aus.
❹	[Default Gateway]	Legt den Standard-Router fest.
❺	[OK]-Schaltfläche	Lädt die Einstellungen in das Gerät.
❻	[Cancel]-Schaltfläche	Kehrt zum Bildschirm "Administrator Settings" zurück, ohne dass die Einstellungen geladen werden.

• IP Address, Subnet Mask
Wird dazu verwendet, die IP-Adresse des mit dem Netzwerk zu verbindenden Geräts festzulegen.

Die IP-Adresse besteht aus einem Netzwerk- und einem Host-Teil. Für die Einstellungen in der Abbildung oben stellen die ersten drei Zahlen der IP-Adresse, 192.168.200.98 oder 192.168.200, den Netzwerkteil dar, während die letzte Zahl, 98, den Host-Teil darstellt, weil die Subnet-Mask 255.255.255.0 lautet, so dass das Gerät und der Computer vom Netzwerk unterschieden werden. Der Subnet-Mask-Wert legt, wie bereits erwähnt, die Grenze zwischen dem Netzwerkteil und dem Host-Teil in IP-Adressen fest.

Der Netzwerkteil der Adresse wird auf den gleichen Wert eingestellt wie die LAN-Umgebung, mit der das Gerät verbunden werden soll. Sie müssen die Subnet-Mask und die LAN-Umgebung entsprechend einstellen. Wenn sie nicht richtig eingestellt werden, kann das Gerät keine Netzwerkverbindung herstellen.

Achten Sie bei der Einstellung des Host-Teils darauf, dass kein Konflikt mit anderen Computern oder Geräten im Netzwerk entsteht. Wird die Adresse auf den gleichen Wert wie den eines anderen Computers eingestellt, kann das Gerät keine Verbindung mit dem PC und anderen Geräten mit in Konflikt stehender Adresse herstellen.

• Default Gateway
Wird dazu verwendet, die IP-Adresse eines Routers einzustellen, wenn dieses Gerät und ein Computer über diesen Router verbunden werden sollen. Bei Verbindung mit der vorhandenen LAN-Umgebung und Einstellungsparametern wenden Sie sich an den Netzwerkadministrator der Abteilung oder Niederlassung, in der das System verwendet wird.

HINWEIS

Werden die Netzwerkparameter nicht richtig eingestellt, kann das Gerät keine Verbindung mit einem PC oder anderen Geräten herstellen.

* Initialisierung
Falls die Netzwerkeinstellung, ID oder das Kennwort für den Administrator vergessen werden, initialisieren Sie die Parameter wie folgt.
1) Schalten Sie das Gerät durch Drücken der Taste [INITIALIZE] ein.
Halten Sie die Taste [INITIALIZE] über 30 Sekunden lang gedrückt.
2) Die Geräteparameter werden wie unten angegeben initialisiert.

IP-Adresse	192.168.200.98
Subnet-Mask	255.255.255.0
Standard-Gateway	nicht verwenden
Anwender-ID des Administrators	administrator
Kennwort des Administrators	pdaadmin

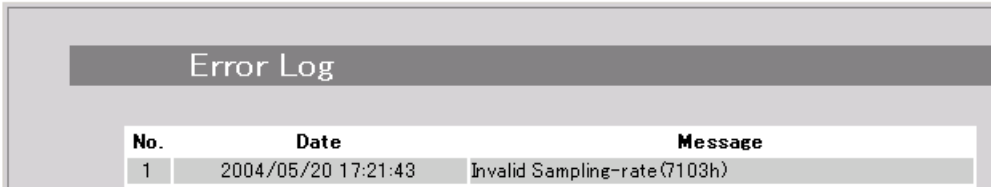
HINWEIS

Der Netzwerkeinstellungsparameter tritt nicht unmittelbar nach einer Einrichtung in Kraft. Nachdem das Gerät ausgeschaltet wurde, schalten Sie es wieder ein, damit er in Kraft tritt.

5.3.4 Protokoll/Teileinformationen

■ Error Log

1 Wählen Sie [Error Log Display].
Der Verlauf des generierten Fehlerprotokolls wird angezeigt.



Gegenstand	Beschreibung	Anmerkung
[No.]	Zeigt die Nummer des Eintrags im Fehlerprotokoll an.	
[Date]	Zeigt das Datum und die Uhrzeit der Fehlergenerierung an.	Datumsanzeige / Einschaltzeitanzeige (*1)
[Message]	Die Fehlermeldung wird angezeigt.	

HINWEIS

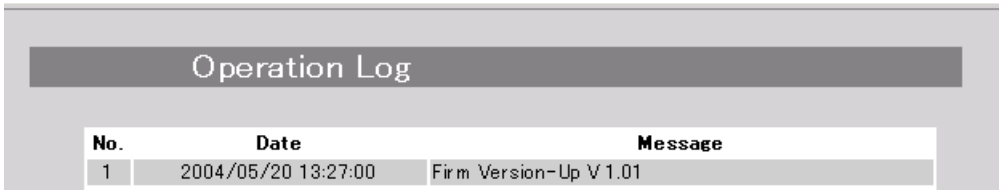
*1 : Über die Zeitanzeige
Das für jedes Protokoll angezeigte Datum wird in einem der beiden folgenden Formate angezeigt.

Format	Anzeigemethode	Beispiel	Anmerkung
Datumsanzeige	Jahr/Monat/Tag/H/Min/Sek.	2002/12/16 18:12:10	Wenn der absolute Zeitpunkt des Events bekannt ist.
Einschaltzeit-anzeige	Gesamtanzahl der Stunden seit dem Einschalten des Geräts bis zum Event.	T00165 ; Gesamteinschaltzeit von 165 h	Wenn der absolute Zeitpunkt des Events unbekannt ist.

Dieses Gerät weist keine Uhrfunktion auf. Tritt ein Fehler oder ein anderes Event ein, wie in der Tabelle oben angegeben, wird die Zeit vom Systemcontroller oder vom Computer aufgezeichnet (je nachdem, welche Komponente mit dem Gerät verbunden ist). Ist das Gerät nicht mit einer dieser Komponenten verbunden sondern wird im Standalone-Modus betrieben, wird die Gesamteinschaltzeit des Geräts (Gesamtzahl der Stunden, die das Gerät seit seiner Herstellung eingeschaltet war) angezeigt.

■ Operation Log

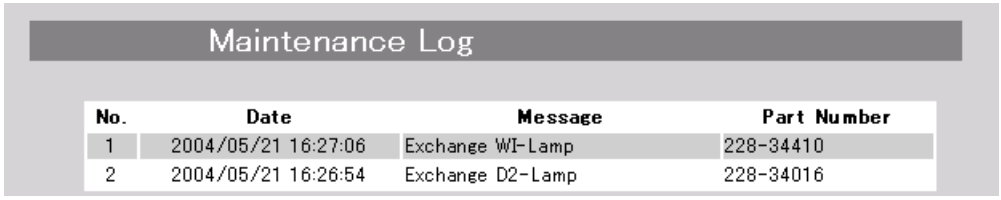
1 Wählen Sie [Operation Log Display].
Das Firmware-Versionsprotokoll wird angezeigt.



Gegenstand	Beschreibung	Anmerkung
[No.]	Zeigt die Nummer des Eintrags im Betriebsprotokoll an.	
[Date]	Zeigt das Datum und die Uhrzeit der Vorgangsausführung an.	Datumsanzeige / Einschaltzeitanzeige
[Message]	Zeigt den Typ des durchgeführten Vorgangs an.	

■ Maintenance Log

1 Wählen Sie [Maintenance Log Display].
Der Protokollverlauf des Ersetzens von Komponenten und Teilen wird angezeigt.

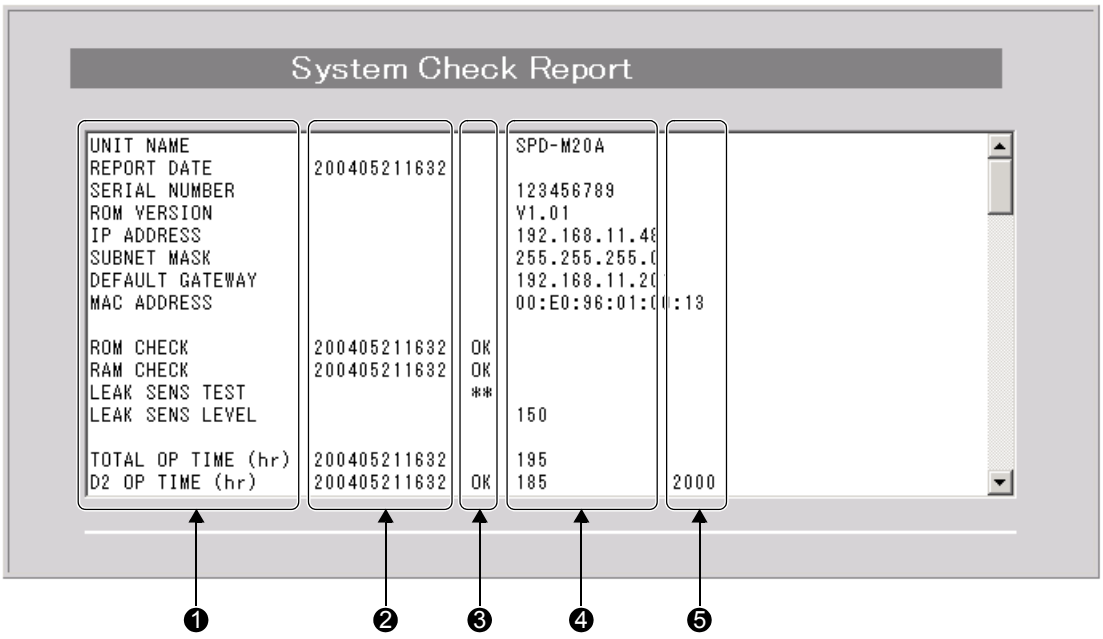


Gegenstand	Beschreibung	Anmerkung
[No.]	Zeigt die Nummer des Eintrags im Wartungsprotokoll an.	
[Date]	Zeigt das Datum und die Uhrzeit der Durchführung der Wartung an.	Datumsanzeige / Einschaltzeitanzeige
[Message]	Zeigt den Typ der durchgeführten Wartung an.	
[Part Number]	Zeigt die Teilenummer der ausgewechselten Komponente an.	

■ System Check Report

Dieses Gerät kann mit Hilfe eines PDA-Dienstprogramms eine Systemüberprüfung durchführen. Auf diesem Bildschirm können die Überprüfungsergebnisse in einem Berichtsformat angezeigt werden.

1 Wählen Sie die Schaltfläche [System Check].
Der Systemprüfungsbericht wird angezeigt.

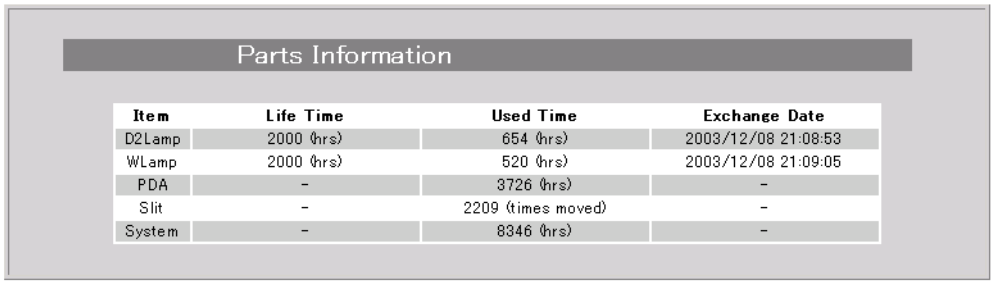


Der Bericht zeigt einen Posten pro Zeile an. Die Informationen werden der Zeilenposition entsprechend und wie nachfolgend beschrieben angezeigt.

Nr.	Gegenstand	Beschreibung	Anmerkung
❶	PARAMETER	Zeigt Gegenstand und Name des Parameters an.	
❷	DATE	Zeigt das Datum und die Uhrzeit der Prüfungsausführung an.	Datums- und Uhrzeitanzeige/ Gesamteinschaltanzeige.
❸	RESULT	Falls eine Bestanden/Nicht bestanden-Beurteilung erfolgt ist, wird das Ergebnis angezeigt.	
❹	WERT1	Hier wird ggf. der Wert angezeigt.	
❺	WERT2	Beurteilungskriterium oder Wert in Bezug auf WERT1 wird angezeigt.	

■ Parts Information

1 Wählen Sie die Schaltfläche [Parts Information].
Die Einsatzzeit und das Auswechseldatum von Verbrauchsmaterialien, die einer bestimmten Lebensdauer unterliegen, werden angezeigt.



Dabei wird die Einsatzzeit von Verbrauchsmaterialien angezeigt, die eine Einsatzüberwachung erfordern.

Gegenstand	Beschreibung	Anmerkung
[D2LAMP]	Gesamtverwendungszeit der D2-Lampe	
[WLAMP]	Gesamtverwendungszeit der W-Lampe	
[PDA]	Gesamtzeit, die PDA UV-Licht ausgesetzt war	Nur wenn D2-Lampe eingeschaltet ist.
[Slit]	Wie oft der variable Schlitz gewechselt wurde.	
[System]	Gesamteinschaltzeit des Geräts.	

5.4 Analogausgabe-Verwendung und Einstellungen

5.4.1 Übersicht über Analogausgabe

Wie in der Abbildung unten dargestellt, ist dieses Gerät mit 4 Analogausgabeanschlüssen versehen, so dass es als UV-Detektor mit mehreren Wellenlängen eingesetzt werden kann.
Die Detektorabsorptionssignale können an Recorder, Datenprozessoren und Geräte ausgegeben werden, welche eine Analogeingabe für die Steuerung erfordern.

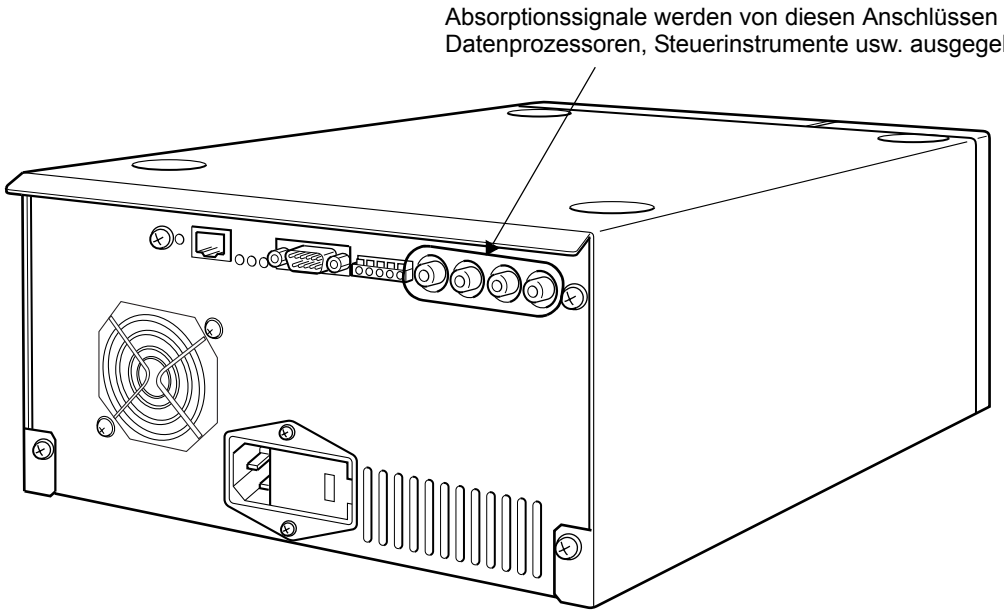

Absorptionssignale werden von diesen Anschlüssen an Recorder, Datenprozessoren, Steuerinstrumente usw. ausgegeben.

Abb. 5.1

Die Ausgabeeinstellungen können mittels der folgenden Softwaretypen vorgenommen werden.

1. Web-Browser
2. LCsolution
3. CLASS-VP

- Analogausgabe-Spezifikationen
  Ausgabebereich : 0,5; 1; 2; 4; 1,25; 2,5 AU/V (Ausgabe auswählen)
  Polarität : +, - (Polarität auswählen)
  Ausgabebereich : -0,1 bis +1,0 (V)

⚠ VORSICHT

Die Obergrenze der Analogausgabe beträgt 1000 mV.
Überschreitet ein Signal diesen Grenzwert, wird der Peakapex evtl. nicht korrekt erfasst.
Wird der Fraktionserfasser FRC-10A verwendet, ist die Einstellung des Grenzerfassungswerts (SOR.Lv) erforderlich.
Einzelheiten finden Sie im Abschnitt 10.10 Detector Signal Scale Out (SOR.Lv) und Abschnitt 11.18 SOR.Lv (Limit Detectable Level Value) des FRC-10 Handbuchs.

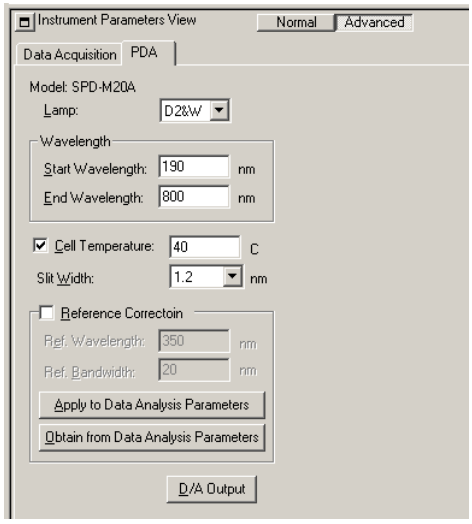
5.4.2 Einstellung von Analogausgaben über den Web-Browser

Die Analogausgabe-Einstellungen können über einen mit diesem Gerät verbundenen Web-Browser vorgenommen werden. Für die Einstellung müssen Sie sich mit "operator"-Privilegien anmelden. Einzelheiten zum Verfahren unter Verwendung des Web-Browsers finden Sie unter "5.1 Bedienung mittels Web-Browser" S. 5-2.

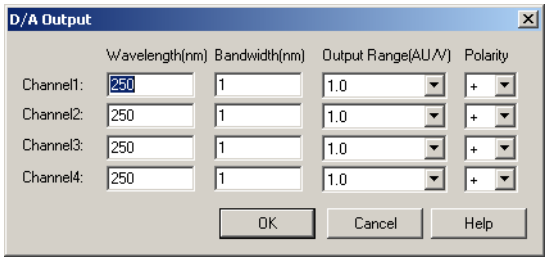
5.4.3 Einstellung von Analogausgaben über LCsolution

1 Starten Sie "LCsolution".
Angaben zum Betrieb von LCsolution finden Sie im "LCsolution"-Handbuch.

2 Starten Sie "Instrument Parameters View" und wählen Sie "Advanced".



3 Wählen Sie "PDA" und die Schaltfläche [D/A Output].



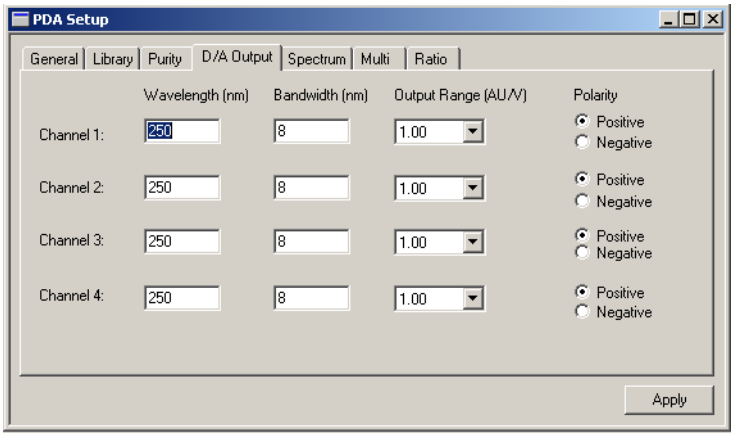
Name	Funktion
[Wavelength]	Die Wellenlänge für die Analogausgabe kann auf vier Kanälen eingestellt werden.
[Bandwidth]	Das Analogausgabesignal ist der Durchschnitt der Absorptionsdaten auf ± [bandwidth] um die voreingestellte Wellenlänge.
[Output range]	Legt die Analogsignalausgabe-Spannungsskala fest.
[Polarity]	Legt die Polarität (positive/umgekehrte Spannung) fest, die den Absorptionspegel erhöht.

5.4.4 Einstellung von Analogausgaben mit CLASS-VP

1 Starten Sie CLASS-VP.

2 Wählen Sie "Method" und die Schaltfläche [PDA Setup].

3 Wählen Sie "D/A Output".



Name	Funktion
[Wavelength]	Die Wellenlänge für die Analogausgabe kann auf vier Kanälen eingestellt werden.
[Bandwidth]	Das Analogausgabesignal ist der Durchschnitt der Absorptionsdaten auf ± [bandwidth]/2 um die voreingestellte Wellenlänge.
[Output range]	Legt die Analogsignalausgabe-Spannungsskala fest.
[Polarity]	Legt die Polarität (positive/umgekehrte Spannung) fest, die den Absorptionspegel erhöht.

Leerseite technisch bedingt

6

Fehlerbehebung

Inhalt

6.1 Fehlersuche und -behebung 6-2
6.2 Fehlermeldungen 6-6
6.3 Web-Browser-Fehlermeldungen 6-8

6.1 Fehlersuche und -behebung

Dieser Abschnitt beschreibt die Ursachen möglicher Probleme und die zu deren Beseitigung zu ergreifenden Gegenmaßnahmen. Ausführlichere Informationen zu den Verfahren finden Sie auf den angegebenen Seiten. Falls sich das Problem selbst nach Ergreifen der hier angegebenen Gegenmaßnahmen nicht lösen lässt oder wenn das Problem in den folgenden Tabellen nicht aufgeführt ist, wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung.

■ Mit dem elektrischen System verbundene Probleme

Symptom	Wahrscheinliche Ursachen	Gegenmaßnahme	Seite
Nach dem Einschalten wird das Gerät nicht mit Strom versorgt.	Netzkabel nicht angeschlossen.	• Stecken Sie den Netzstecker richtig ein.	S.9-7
	Interne Leitungen des Netzkabels sind unterbrochen.	• Ersetzen Sie das Netzkabel mit einem Kabel gleichen Typs.	S.1-4
	Stromversorgung entspricht nicht den Spezifikationen des Gerätes.	• Eine spezifikationsgemäße Stromversorgung verwenden.	S.9-6
	Sicherung ist durchgebrannt.	• Sicherung auswechseln. • Brennt die Sicherung häufig durch, wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung.	S.8-19
Fehleranzeige leuchtet auf.	Übertragungsfehler oder Flüssigkeit läuft aus.	• Überprüfen Sie die Fehlercodenummer und die Fehlermeldung und führen Sie die angegebenen Maßnahmen durch.	S.6-6 S.6-8
Unzureichende Zelltemperatur-steuerung.	Das Anschlussteil ist nicht verbunden.	• Drücken Sie das Anschlussteil ein.	-
	Die eingestellte Temperatur ist nicht geeignet.	• Stellen Sie die Temperatur der Zelltemperatursteuerung korrekt ein. • Stellen Sie die Temperatur auf einen Wert über (Umgebungstemperatur + 5)°C.	-

■ Mit der Basislinie verbundene Probleme

Symptom	Wahrscheinliche Ursachen	Gegenmaßnahme	Seite
Übermäßiges Rauschen	Lampenenergie unzureichend.	• Führen Sie den Lampenenergietest durch. Ist die Lampenenergie zu niedrig, schlagen Sie unter "Lampenenergie zu niedrig." in der Tabelle auf S. 6-5 nach.	S.7-14
	Ein starker Luftzug, z. B. von einer Klimaanlage, wird in das Gerät gesaugt.	• Verwenden Sie eine geeignete Barriere, damit das Gerät nicht direkt einem Luftzug ausgesetzt wird. • Wechseln Sie den Aufstellungsort.	-
	Externe Vibrationen wirken sich auf das Gerät aus.	• Verwenden Sie einen soliden Tisch als Basis. • Reduzieren Sie die externen Vibrationen.	-
Es kommt zu zyklischen Rausch-Spikes.	Die Pumpe generiert eine große Pulsation.	• Vergewissern Sie sich, dass das Rauschen verschwindet, wenn die Lösungsmittelförderung stoppt. • Überprüfen Sie den Zustand der Lösungsmittelförderung (Druckschwankung). Bereinigen Sie Druckschwankungen der Pumpeneinheit. • Verwenden Sie ein Druckschwankungs-Absorptionsgerät (Dämpfer). • Führen Sie Gegenmaßnahmen gegen Blasen durch.*1	-
	Blasen in der Zelle.	• Überprüfen Sie, ob eine starke Veränderung der Basislinie auftritt, wenn die Auslasskapillare der Zelle kurz zugehalten wird. • Sie können die Zelle auch visuell auf eingeschlossene Blasen untersuchen. Liegen Blasen vor, führen Sie Gegenmaßnahmen gegen Blasen durch.*1	-
Es kommt zu zufälligen Rausch-Spikes.	Blasen fließen durch die Zelle.	• Legen Sie die Spitze der Auslassleitung des Detektors in eine Flüssigkeit und überprüfen Sie, ob Blasen aus der Leitung austreten. • Sie können die Zelle auch visuell untersuchen, um zu sehen, ob Blasen hindurchfließen. Fließen Blasen durch die Zelle, führen Sie Gegenmaßnahmen gegen Blasen durch.*1	-
Sägezahn-ähnliches Rauschen. (Wiederholtes Driften der Basislinie nach oben, dann plötzliche Richtungsänderung nach unten)	Kleine Blasen sind temporär in der Zelle eingeschlossen und fließen dann daraus heraus.	• Legen Sie die Spitze der Auslassleitung des Detektors in eine Flüssigkeit und überprüfen Sie, ob Blasen aus der Leitung austreten. • Sie können die Zelle auch visuell untersuchen, um zu sehen, ob Blasen hindurchfließen. Falls Blasen durch die Zelle fließen, führen Sie Gegenmaßnahmen gegen Blasen durch*1 oder zerlegen und reinigen Sie die Zelle.	-

Symptom	Wahrscheinliche Ursachen	Gegenmaßnahme	Seite
Basislinien-Drifts	Flüssigkeit läuft aus.	• Überprüfen Sie, ob Flüssigkeit aus den Zelleinlass- oder -auslassleitungs-Verbindungsstücken bzw. dem Zellenfenster ausläuft. Läuft Flüssigkeit aus, wischen Sie die Flüssigkeit auf und trocknen Sie die Komponente. Führen Sie Wartungsmaßnahmen durch, um das Leck zu beseitigen.	-
	Bei Installation der Lampe und Flusszelle ist eine Komponente locker oder eine Lücke vorhanden.	• Ist eine Komponente locker oder ist eine Lücke vorhanden, installieren Sie die jeweilige Komponente erneut.	S.8-4 S.8-11
Starke Drift	Die mobile Phase und Säule sind instabil.	• Überprüfen Sie, ob die Drift abnimmt, wenn die Lösungsmittelförderung gestoppt wird und eine Luftzelle verwendet wird. Nimmt die Drift ab, weist die mobile Phase evtl. Fremdkörper auf oder die Säule ist nicht äquilibriert. Überprüfen Sie mobile Phase, Säule und Analyseparameter.	-
	Die Messung erfolgt direkt nach Einschalten der Lampe.	• Um das Gerät zu stabilisieren, beginnen Sie die Messung mindestens 1 Stunde nach Einschalten der Lampe. Bei Messungen hoher Empfindlichkeit warten Sie 1,5 Stunden, nachdem die Lampe eingeschaltet wurde.	-
	Stabilisieren Sie die Umgebungstemperatur.	• Stellen Sie das Gerät an einem Ort mit möglichst geringen Temperaturschwankungen auf.	-
	Flüssigkeit läuft aus der Zelle aus.	• Überprüfen Sie, ob Flüssigkeit aus den Zelleinlass- oder -auslassleitungs-Verbindungsstücken bzw. dem Zellenfenster ausläuft. Läuft Flüssigkeit aus, wischen Sie die Flüssigkeit auf und trocknen Sie die Komponente. Führen Sie Wartungsmaßnahmen durch, um das Leck zu beseitigen.	-
	Ein starker Luftzug, z. B. von einer Klimaanlage, wird in das Gerät gesaugt.	• Verwenden Sie eine geeignete Barriere, damit das Gerät nicht direkt einem Luftzug ausgesetzt wird. • Wechseln Sie den Aufstellungsort.	-
Die Basislinie ist instabil, starke Drift und starkes Rauschen.	Blasen sind in der Zelle eingeschlossen.	• Überprüfen Sie, ob die Basislinie sich ändert, wenn die Auslasskapillare der Zelle kurz zugehalten wird. • Sie können die Zelle auch visuell auf eingeschlossene Blasen untersuchen. Liegen Blasen vor, führen Sie Gegenmaßnahmen gegen Blasen durch.*1	-
Basislinie schwankt	Ein starker Luftzug wird in den Detektor gesaugt.	• Verwenden Sie eine geeignete Barriere, damit das Gerät nicht direkt einem Luftzug ausgesetzt wird. • Stellen Sie das Gerät an einem Ort mit möglichst geringen Temperaturschwankungen auf.	-

*1 : Gegenmaßnahmen bei Blasen

- Entfernen von Blasen aus der Zelle
  Falls Blasen in der Zelle eingeschlossen werden, entfernen Sie sie wie folgt.
  Während die Pumpe Lösungsmittel fördert, verwenden Sie einen Finger oder Gummistopfen, um das Ende der Zellauslassleitung kurz zu verschließen und den Druck in der Zelle zu erhöhen. Wird dies mehrmals wiederholt, werden die Blasen erweitert und zusammengezogen, wodurch sie sich lösen und aus der Zelle fließen können.
  Bei schwer zu entfernenden Blasen gehen Sie wie folgt vor.
  1. Stoppen Sie die Lösungsmittelförderung durch die Pumpe und entfernen Sie die Zelle.
  2. Lösen Sie das Verbindungsstück der Zelleinlassleitung.
  3. Injizieren Sie über die Zellauslassleitung Methanol in die Zelle.
  4. Beobachten Sie die Zellkammer, um sich zu vergewissern, dass die Blasen entfernt wurden.
  5. Starten Sie die Lösungsmittelförderung durch die Pumpe wieder und ziehen Sie das Zelleinlassverbindungsstück fest, während etwas Flüssigkeit aus dem Verbindungsstück austritt.
- Verhinderung von Blasenbildung
  Verwenden Sie eine ausreichend entgaste mobile Phase. (Setzen Sie einen Entgaser ein).
  Für mobile Phasen, die nicht entgast werden können oder bei denen eine Blasenbildung auch nach dem Entgasen wahrscheinlich ist, schließen Sie eine 0,3 mm (Innendurchmesser) × 2 m Leitung an den Zellauslass an.
  Durch Anschließen einer 0,3 mm (Innendurchmesser) × 2 m Leitung wird ein Rückdruck von ca. 0,2 MPa (2 kgf/cm^2) erzeugt, wenn Wasser bei 1 ml/min fließt. Wenn der Rückdruck angewendet wird, entfernen Sie zunächst die Zelle vom Gerät, um ganz sicher zu gehen, dass keine Leckstelle auftritt, und installieren Sie die Zelle dann wieder. Falls Flüssigkeit ausläuft, ziehen Sie die Befestigungsschraube des Zellfensters stärker fest.
  Ist die Innenoberfläche der Zelle verschmutzt, sammeln sich Blasen oft an der Oberfläche an, vor allem bei wässrigen mobilen Phasen. Reinigen Sie die Zelle mit Alkohol oder einer anderen mischbaren Flüssigkeit.

■ Mit der Lampenenergie verbundene Probleme

Symptom	Wahrscheinliche Ursachen	Gegenmaßnahme	Seite
Lampenenergie zu niedrig.	Die Zelle ist verschmutzt.	• Untersuchen Sie das Zellinnere visuell auf Fremdkörper bzw. eine Verschmutzung des Zellfensters. • Zerlegen und reinigen Sie die Zelle. • Kann der Schmutz nicht entfernt werden, ersetzen Sie die Linse.	S.8-4 S.8-11
	Die mobile Phase absorbiert sehr stark.	• Untersuchen Sie die Lösungsmittel- und Flussleitungen der mobilen Phase und entfernen Sie alle Verunreinigungen.	-
	Die Lampenenergie ist erschöpft.	• Die Lampenenergie ist auch niedrig, wenn eine Luftzelle verwendet wird.*2 • Überprüfen Sie die Gesamtbeleuchtungszeit der Lampe.	-
	Die Belichtungszeit ist nicht richtig eingestellt.	• Verwenden Sie die automatische Belichtungszeiteinstellung.	S.8-17

*2 : Eine Luftzelle ist eine Flusszelle, bei der Linse und Zellendichtung entfernt wurden.

■ Mit der Wellenlänge verbundene Probleme

Symptom	Wahrscheinliche Ursachen	Gegenmaßnahme	Seite
Wellenlänge verschoben.	Die Wellenlängenkalibration wurde nicht ordnungsgemäß durchgeführt.	Führen Sie die Wellenlängenkalibration durch.	S.8-18

6.2 Fehlermeldungen

Die folgende Tabelle enthält die möglichen Fehlermeldungen, die auf dem PC angezeigt werden können, sowie deren wahrscheinliche Ursachen und Abhilfemaßnahmen.

Fehler-code	Fehlermeldung	Wahrscheinliche Ursache	Abhilfemaßnahme	Referenz-seite
0x0011	Wavelength calibration has not been performed.	←	Führen Sie die Wellenlängenkalibration durch.	S.8-18
0x1020	The PDA circuit board is not connected.	←	*1	-
0x1030	Detector was not Ready at start of measurement.	Die Messung wurde gestartet, während ein anderer Fehler noch nicht behoben war.	Beheben Sie den vorherigen Fehler.	S.6-6
		Aufgrund einer Netzwerkfehlfunktion o. ä. wurde die vorherige Messung nicht normal abgeschlossen.	Starten Sie das Gerät dann neu.	-
0x2001	Leak sensor detected a leak.	Mobile Phase ist im Geräteinneren ausgelaufen.	Überprüfen Sie die Leitungen.	S.9-11
0x8922	Error occurred during system check.	←	*1	-
0x4001 0x8941	Detector buffer memory overflowed.	←	*1	-
0x8942	Hard disk initialization failed.	←	*1	-
0x8943	Hard disk is full.	←	*1	-
0x8961	Cell is overheated.	Fehlfunktion der temperaturgesteuerten Flusszelle, Fehlfunktion des Steuerschaltkreises.	*1	-
0x8962	Overcurrent occurred in cell.	Fehlfunktion der temperaturgesteuerten Flusszelle, Fehlfunktion des Steuerschaltkreises.	*1	-
0x89C2	D2 lamp current too large.	Fehlfunktion der D2-Lampe.	Ersetzen Sie die D2-Lampe.	S.8-12
		Fehlfunktion des Beleuchtungsschalt-kreises.	*1	-
0x89C3	D2 lamp current too large.	Fehlfunktion der Lampe.	Ersetzen Sie die D2-Lampe.	S.8-12
		Fehlfunktion des Beleuchtungsschalt-kreises.	*1	-
0x89C4	W lamp current too small.	←	*1	-
0x89C6	Lamp compartment cover is open. Lamp is turned off.	Die Lampenabdeckung war beim Gerätestart nicht geschlossen.	Bringen Sie die Lampenabdeckung an und schalten Sie die Lampe wieder ein.	S.8-12
0x89C9	W lamp current too high.	←	*1	-

Fehler-code	Fehlermeldung	Wahrscheinliche Ursache	Abhilfemaßnahme	Referenz-seite
0x89CB	D2 lamp is not connected.	Das Anschlussteil der D2-Lampe ist nicht angeschlossen. Es kann auch eine Leitung unterbrochen oder eine Schaltkarten-Fehlfunktion o. ä. aufgetreten sein.	Schließen Sie das D2-Lampenanschlussteil an.	S.8-12
0x89CC	W lamp is not connected.	Das Anschlussteil der W-Lampe ist nicht angeschlossen. Es kann auch eine Leitung unterbrochen oder eine Schaltkarten-Fehlfunktion o. ä. aufgetreten sein.	Schließen Sie das W-Lampenanschlussteil an.	S.8-14

*1 : Schalten Sie das Gerät aus und wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung.

6.3 Web-Browser-Fehlermeldungen

Die folgende Tabelle enthält die möglichen Fehlermeldungen, die auf dem PC angezeigt werden können, wenn der Web-Browser verwendet wird, sowie deren wahrscheinliche Ursachen und Abhilfemaßnahmen.

Fehler-code	Fehlermeldung	Wahrscheinliche Ursache	Abhilfemaßnahme	Referenz-seite
0011H	Internal error	Wellenlängenkalibration wurde nicht durchgeführt.	Führen Sie die Wellenlängenkalibration durch.	S.8-18
1020H	Internal error	Die PDA-Schaltkarte ist nicht angeschlossen.	*1	-
1030H	Internal error	Die Messung wurde gestartet, während ein anderer Fehler noch nicht behoben war.	Nehmen Sie die notwendigen Maßnahmen vor, um den aktiven Fehler zu beheben.	S.6-6
		Die vorherige Messung wurde nicht richtig abgeschlossen.	Starten Sie das Hauptsystem neu.	-
2001H	Leakage detected	Die mobile Phase ist im Systeminneren ausgelaufen.	Überprüfen Sie das Leitungssystem.	S.9-11
2100H	Internal error	Bei der Systemüberprüfung wurde ein Fehler festgestellt.	*1	-
4001H	Internal error	Der Detektorpufferspeicher ist übergelaufen.	*1	-
4031H	Internal error	Die Festplatte konnte nicht initialisiert werden.	*1	-
4032H	Internal error	Die Festplatte ist voll.	*1	-
6001H	Overheated temperature-controlled flow cell	Die temperaturgesteuerte Flusszelle wurde überhitzt.	*1	-
6002H	Overloaded temperature-controlled flow cell	Der elektrische Strom für die temperaturgesteuerte Flusszelle ist zu stark.	*1	-
0C002H	D2 lamp error	Fehlfunktion der D2-Lampe.	Ersetzen Sie die D2-Lampe.	S.9-27
		Fehlfunktion des Lampenbeleuchtungs-Schaltkreises.	*1	-
0C003H	D2 lamp error	Fehlfunktion der D2-Lampe.	Ersetzen Sie die D2-Lampe.	S.9-27
		Fehlfunktion des Lampenbeleuchtungs-Schaltkreises.	*1	-
0C006H	W lamp error	Die Stromstärke ist für die W-Lampe zu gering.	*1	-
0C00CH	Lamp cover is open	Die Lampe wird abgeschaltet, weil die Lampenabdeckung beim Starten des Systems abgenommen wurde.	Bringen Sie die Lampenabdeckung an und schalten Sie die Lampe wieder ein.	S.9-27
0C00FH	W lamp error	Die Stromstärke ist für die W-Lampe zu groß.	*1	-

Fehler-code	Fehlermeldung	Wahrscheinliche Ursache	Abhilfemaßnahme	Referenz-seite
0C012H	D2 lamp error	Das Anschlussteil der D2-Lampe ist nicht angeschlossen. Es kann auch eine Leitung unterbrochen oder eine Schaltkarten-Fehlfunktion o. ä. aufgetreten sein.	Schließen Sie das D2-Lampenanschlussteil wieder an.	S.9-27
0C013H	W lamp error	Das Anschlussteil der W-Lampe ist nicht angeschlossen. Es kann auch eine Leitung unterbrochen oder eine Schaltkarten-Fehlfunktion o. ä. aufgetreten sein.	Schließen Sie das W-Lampenanschlussteil wieder an.	S.9-28

*1 : Schalten Sie das Gerät aus und wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung.

Leerseite technisch bedingt

7

Hardware-Validierung

Dieses Kapitel enthält eine Anleitung zur Hardware-Validierung, bei der die Leistung einzelner Komponenten und des Gerätes als Ganzes überprüft werden.

Inhalt

7.1 Überblick über die Hardware-Validierung 7-2
7.2 Implementierung der Hardware-Validierung 7-3
7.3 Sicherheitshinweise für die Validierung 7-4
7.4 Benötigte Gegenstände 7-5
7.5 Validierung: Detektor 7-7
7.6 Validierung des Systems 7-23
7.7 Wenn die Validierung fehlschlägt 7-32

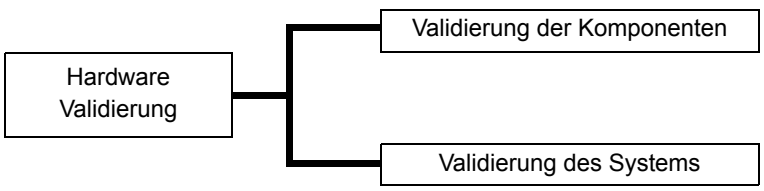
7.1 Überblick über die Hardware-Validierung

7.1.1 Hardware-Validierung

Bei der Hardware-Validierung werden die ordnungsgemäße Funktion des LC-Systems und die Eignung des Gerätes für die beabsichtigte Analyse geprüft. Die Validierung wird bei der Installation des LC-Systems, bei Beurteilungen des Betriebs und der Leistung sowie bei periodischen Inspektionen ausgeführt. Die Leistung des LC-Systems lässt aufgrund des Verschleißes von Verbrauchsmaterialien mit der Zeit nach. Daher muss in regelmäßigen Abständen von der Installation bis zur Außerdienstnahme des Gerätes die Hardware-Validierung ausgeführt werden. Daneben ist außerdem die Validierung weiterer analysebezogener Aspekte erforderlich, z. B. die Methoden-Validierung und Systemeignungstests. Voraussetzung für diese ist jedoch der Abschluss der Hardware-Validierung.

7.1.2 Arten der Hardware-Validierung

Ein Hochdruck-Flüssigchromatographiesystem besteht aus verschiedenen LC-Komponenten wie Pumpe(n), Autoinjektor, Säulenofen und Detektor(en). Aus diesem Grund ist die Hardware-Validierung in die Inspektion der einzelnen Komponenten und die Validierung des Systems als Ganzes unterteilt.



Zur Prüfung des ordnungsgemäßen Betriebs der einzelnen LC-Komponenten.

Zur Inspektion von Elementen, die nicht als einzelne Komponenten untersucht werden können, sowie zur Untersuchung der ordnungsgemäßen Funktion des gesamten LC-Systems.

Zur Unterstützung des Anwenders bei der Validierung werden in diesem Kapitel das Betriebsprotokoll und die Kriterien für diese Komponenten und das HPLC-System beschrieben. Die Betriebsprotokolle aller Komponenten finden Sie in den jeweiligen Handbüchern für diese Komponenten.

7.2 Implementierung der Hardware-Validierung

7.2.1 Periodische Validierung

Komponenten- und Systemvalidierung müssen bei der Aufstellung des Gerätes und alle 6-12 Monate ausgeführt werden, da die Leistung eines LC-Gerätes sich im Laufe der Zeit ändert. Ebensowichtig ist die Ausführung von Wartungsarbeiten wie z. B. das Ersetzen von Verbrauchsmaterialien vor der Hardware-Validierung.

7.2.2 Tägliche Inspektion

Bei der täglichen Inspektion der Komponenten und des HPLC-Systems wird der Zustand der zu wartenden Komponenten untersucht, um eine hohe Zuverlässigkeit der Analysedaten zu gewährleisten.
Bei den Systemeignungstests werden z. B. die Abnutzung der Säule und die Einstellungen für die mobile Phase untersucht.

7.2.3 Validierung bei Wartungsarbeiten

Nach allen Wartungsarbeiten muss die Leistung der Komponenten neu validiert werden. Die Typ der erforderlichen Validierung hängt von der ausgeführten Arbeit ab.
Wenn die Wartungsinspektion nicht allein durch die spezifische Validierung der Komponenten ausgeführt werden kann, ist eine Systemvalidierung erforderlich.

HINWEIS

Wartungsdaten sowie die Ergebnisse der Hardware-Validierung sind aufzuzeichnen und aufzubewahren.

7.3 Sicherheitshinweise für die Validierung

7.3.1 Umgebung

Abrupte Änderungen der Umgebungstemperatur, z. B. durch Heizungen und Klimaanlagen verursachter Luftzug, können die Geräteleistung beeinträchtigen.
Die Geräte sind in einem Raum mit minimaler Temperaturschwankung (< 2 °C) und außerhalb des Verlaufs von Luftströmen zu installieren.

7.3.2 Aufstellungsort

Für eine fehlerfreie Validierung spielt der richtige Aufstellungsort eine entscheidende Rolle. Der Aufstellungsort sollte die folgenden Anforderungen erfüllen:

⚠ WARNUNG

- **Gut belüften, Zündquellen fernhalten**
  Wenn brennbare oder giftige Lösungsmittel als mobile Phase eingesetzt werden, muss der Raum gut belüftet sein. Wenn brennbare Lösungsmittel verwendet werden, muss der Umgang mit offenem Feuer oder anderen Zündquellen streng verboten werden.

⚠ VORSICHT

- **Staub und korrosive Gase meiden**
  Das Gerät sollte nicht an Orten aufgestellt werden, an denen es korrodierenden Gasen oder übermäßiger Staubbelastung ausgesetzt ist, da derartige Umgebungen die Leistung des Gerätes beeinträchtigen und seine Lebensdauer verkürzen können.
- **Abstand zu starken magnetischen Feldern halten**
  Das Gerät darf nicht neben Geräten aufgestellt werden, die starke magnetische Felder erzeugen. Wenn die Netzspannung starken Schwankungen unterworfen ist, muss ein handelsüblicher Überspannungsschutz installiert werden.
- **Für angemessene Aufstellungsfläche und einen geeigneten Platz sorgen**
  Das Gewicht des SPD-M20A beträgt 12 kg. Berücksichtigen Sie bei der Installation das Gesamtgewicht aller weiteren LC-Komponenten.
  Der Labortisch, auf dem das Gerät aufgestellt wird, muss das Gewicht des gesamten LC-Systems tragen können. Er muss eben, stabil und mindestens 600 mm tief sein.
  Bei Nichtbeachtung dieser Sicherheitshinweise kann das Gerät kippen oder vom Tisch fallen.
  Wenn die Komponenten nebeneinander installiert werden, halten Sie zwischen den Komponenten einen Abstand von mindestens 30 mm ein.
- **Raumtemperatur und Luftfeuchtigkeit regeln**
  Die Raumtemperatur muss zwischen 4 und 35 °C liegen und darf im Tagesverlauf nur geringfügigen Schwankungen unterworfen sein. Die Luftfeuchtigkeit muss im Bereich von 20 bis 85 % liegen.
- **Auf sachgerechte Position des Gerätes im Raum achten**
  Installieren Sie das Gerät an einem Ort, der frei von Schwingungen und direkter Sonneneinstrahlung sowie von Luftzug durch Heizungen oder Klimaanlagen ist.

7.4 Benötigte Gegenstände

Im Folgenden finden Sie eine Aufstellung der für die Hardware-Validierung erforderlichen Gegenstände und Proben. Bereiten Sie die erforderlichen Ausrüstungsteile und Proben entsprechend der Systemkonfiguration des Gerätes vor.

■ Testausrüstung

Im Folgenden finden Sie eine Liste der Testausrüstung für die Hardware-Validierung.
Alle Testausrüstungsgegenstände sollten von einem Zertifikat über die Nachverfolgbarkeit oder das Inspektionsergebnis begleitet sein.

Ausrüstung	Beschreibung
Thermo-Recorder	Zur Inspektion der Genauigkeit der Temperatureinstellung für den Säulenofen und den Probenkühler des Autoinjektors. Der Thermo-Recorder muss eine zertifizierte Genauigkeit von ±1,0 °C für den erforderlichen Temperaturbereich (0 °C bis 50 °C) zum Zeitpunkt der Inspektion aufweisen.
Widerstandsthermometer	Zur Inspektion der Temperaturgenauigkeit des Säulenofens. Das Widerstandsthermometer muss eine zertifizierte Genauigkeit von ±0,5 °C für den erforderlichen Temperaturbereich (0 °C bis 50 °C) zum Zeitpunkt der Inspektion aufweisen.
Thermoelement	Zur Inspektion der Genauigkeit der Temperatureinstellung für den Säulenofen und den Probenkühler des Autoinjektors. Das Thermoelement muss eine zertifizierte Genauigkeit von ±0,6 °C für den erforderlichen Temperaturbereich (0 °C bis 50 °C) zum Zeitpunkt der Inspektion aufweisen.
Gleichspannungsgenerator	Für die Hardware-Validierung des Integrators (Chromatopac). Der Gleichspannungsgenerator muss eine zertifizierte Genauigkeit von ±0,15 % zum Zeitpunkt des Tests aufweisen.
Stoppuhr	Für die Inspektion der Förderratengenauigkeit des Lösungsmittelfördermoduls. Die Stoppuhr muss bei 5 Min 30 s auf ±0,3 s genau messen.
Messkolben	Für die Inspektion der Förderratengenauigkeit des Lösungsmittelfördermoduls. Halten Sie einen 5-ml-Messkolben bereit.
Elektronische Waage	Zur Inspektion der Injektionsvolumengenauigkeit des Autoinjektors. Die Waage muss kalibriert sein und zum Zeitpunkt der Inspektion Messungen mit einer Präzision von 0,001 g ausführen können.

■ Standardreagenzien für die Validierung

Im Folgenden finden Sie eine Liste der Standardreagenzien für die Validierung. Die Standardreagenzien müssen vom Benutzer entsprechend den Spezifikationen zubereitet werden.

Standardprobe	Teile-Nr.	Beschreibung
Koffein-Set (5 Konzentrationen)	228-45725-91	Zur Inspektion der Absorptionslinearität der spektralphotometrischen und Fotodiodenarray-UV-VIS-Detektoren. Außerdem zur Inspektion der Systemreproduzierbarkeit für mit einem spektralphotometrischen und Fotodiodenarray-UV-VIS-Detektor ausgestattete Systeme.
Koffein (250 mg/l)	228-45725-06	Zur Inspektion der Systemreproduzierbarkeit für Systeme mit einem Brechungsindex-Detektor, zur Inspektion der Autoinjektor-Probenverschleppung und zur Inspektion der Genauigkeit der Gradientenkonzentration bei Gradientensystemen.
Naphthalin (60 mg/l)	228-32996-01	Zur Inspektion der Systemreproduzierbarkeit für Systeme mit spektralfluorometrischem Detektor.
Glycerol (0,872 mg/l)	228-32996-05	Zur Inspektion des Messbereichs des Brechungsindex-Detektors.

■ Zubehör für den Hardware-Test

Im Folgenden finden Sie eine Liste des Testzubehörs für die Hardware-Validierung. Zusätzlich zu den hier aufgeführten Gegenständen können weitere Objekte wie z. B. Autoinjektorampullen oder mobile Phasen erforderlich sein.

Zubehör	Teile-Nr.	Beschreibung
Gegendruckkapillare	228-45726-91	Innendurchmesser 0,13 mm × 2 m + Innendurchmesser 0,8 mm × 2 m Zur Inspektion der Förderrate und der Genauigkeit der Gradientenkonzentration für das Lösungsmittelfördermodul usw.
Spritze	046-00001 oder 046-00038-01	Zur Inspektion der Absorptionslinearität der spektralphotometrischen und Fotodiodenmatrix-UV-VIS-Detektoren. Außerdem zur Inspektion der Differenz des Brechungsindex-Detektors. Dieser Gegenstand ist als Standardzubehör im Lieferumfang der Detektoren enthalten.
Spritzenadapter	228-15672-91	Siehe oben.
Verbindungsstück 1.6C	228-16004-13	Für Inspektionen aller Art und zum Erstellen der Flusslinienverbindungen des Detektors. Dieser Gegenstand ist als Standardzubehör im Lieferumfang aller Komponenten enthalten.
Leitungsverschraubung, PEEK	228-18565	Siehe oben.
Stecker	228-16006	Zur Inspektion von Drift und Rauschen des Brechungsindex-Detektors.
Niederdruck-Quecksilber-Lampenset	200-38423	Zur Inspektion der Wellenlängengenauigkeit für den UV-VIS-Fotodioden-Arraydetektor und den spektralfluorometrischen Detektor.
Quecksilberlampenhalter	228-34170-91	Zur Inspektion der Wellenlängengenauigkeit für den UV-VIS-Fotodioden-Arraydetektor.
	228-34478-91	Zur Inspektion der Wellenlängengenauigkeit für den spektralfluorometrischen Detektor.
PTFE-Block (Baugruppe)	228-34319-91	Zur Inspektion der Wellenlängengenauigkeit für den spektralfluorometrischen Detektor.
Säule Shim-pack VP-ODS oder LUNA C18(2)	228-34937-91 oder 00F-4252-E0	Partikelgröße: 5 µm Säulenabmessungen: Innendurchmesser 4,6 mm × Länge 150 mm (Ebenso kann eine gleichwertige ODS-Säule verwendet werden.) Für die Validierung des Systems.

7.5 Validierung: Detektor

7.5.1 Zu prüfende Parameter

■ Zu prüfende Parameter

Folgende Parameter sind bei der Pumpenvalidierung zu prüfen.

Zu prüfender Parameter	Beschreibung	Seite
Initialisierungsprüfung und ROM-/RAM-Selbstdiagnose	Stellt sicher, dass Anzeige, LED(s) und angetriebene Komponenten ordnungsgemäß arbeiten. Führt außerdem eine Selbstdiagnose am Systemarbeitsspeicher (ROM / RAM) aus.	S.7-9
Prüfung der Firmwareversion	Prüft die Firmwareversion.	S.7-9
Prüfung der Betriebsdauer der Lichtquelle	Prüft die Zeit, die die Lichtquelle verwendet wurde.	S.7-10
Prüfung der Wellenlängengenauigkeit	Prüft die Wellenlängengenauigkeit mit den Emissionslinien der Hg (Quecksilber)- und D2-Lampe.	S.7-11
Prüfung der Lichtintensität	Prüft die Intensität der verwendeten Lichtquelle.	S.7-14
Linearitätsprüfung	Bei der Linearitätsprüfung wird die Flusszelle mit einer Lösung aus Koffein und Wasser gespült, die Absorption wird bei verschiedenen Koffeinkonzentrationen gemessen, und es wird geprüft, ob Linearität zwischen dem Koffeinabsorptionswert und der Konzentration vorliegt.	S.7-16
Prüfung von Drift/Rauschen	Prüft, ob die Werte für Drift und Rauschen festgelegten Kriterien entsprechen.	S.7-20

* Die Wellenlängengenauigkeit kann entweder mit dem integrierten Holmiumoxidfilter (Ho) oder der Hg-(Quecksilber)-Lampe überprüft. Wenn eine Hg-(Quecksilber)-Lampe verwendet wird, ist eine besondere Vorrichtung erforderlich.

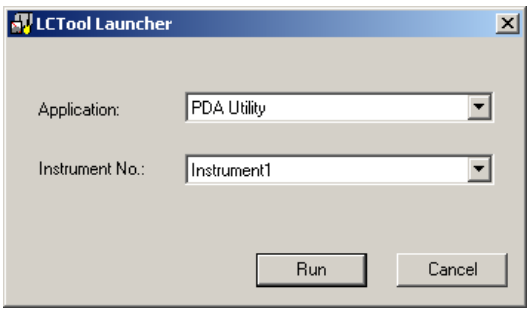
☞ "7.4 Benötigte Gegenstände" S. 7-5

7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms

Wenn LC-Workstation-Software (LCsolution oder CLASS-VP) installiert ist.

1 Wählen Sie [Start] - [Programs] - [LabSolutions] - [LCsolution] - [LC Maintenance Tools]. Der Bildschirm "LC Tool Launcher" wird angezeigt.

2 Wählen Sie "PDA Utility", "Instrument1" und dann die Schaltfläche [Run]. Der Anmeldungsbildschirm wird eingeblendet.



3 Wählen Sie [OK], nachdem Sie die Anwender-ID und das Kennwort eingegeben haben, um das PDA-Dienstprogramm "PDA Utility" zu starten.

- Standard-Anwender-ID und Kennwort lauten wie folgt:
  Anwender-ID: admin
  Kennwort: (keines)

Der Bildschirm "PDA Utility" wird angezeigt.

■ PDA Utility

Schaltfläche	Beschreibung
	Wellenlängenprüfung
	Wellenlängenkalibration
	Lecksensorprüfung/Einstellung
	Flusszellentemperatur prüfen
	Überprüfung/Kalibration der Absorptionsgenauigkeit
	Geräteinformationen

Wenn keine LC-Workstation-Software (LCsolution oder CLASS-VP) installiert ist.

1 Wählen Sie [Start] - [Programs] - [PDA Utility] - [PDA Utility].
Der Anwender-Anmeldungsbildschirm wird angezeigt.

2 Geben Sie die Anwender-ID und das Kennwort für den Administrator ein.
Anwender-ID : administrator (Standardwert)
Kennwort : pdaadmin (Standardwert)
☞ "5.3 Administrator Settings" S. 5-11
Der Bildschirm "PDA Utility" wird angezeigt.

3 Klicken Sie mit der rechten Maustaste auf die Titelleiste und wählen Sie das zu verbindende Gerät aus.

7.5.3 Initialisierungsprüfung und ROM-/RAM-Selbstdiagnose

■ Zweck

Überprüfung des korrekten Betriebs der LEDs, der Antriebsteile, des elektrischen Schaltkreises und des Speichers (ROM, RAM).

■ Testverfahren

1 Schalten Sie den Netzschalter ein.

2 Überprüfen Sie sofort nach dem Einschalten, dass die LEDs entweder blinken oder grün aufleuchten.
☞ "3.2 Ein- und Ausschalten des Gerätes" S. 3-4

7.5.4 Prüfung der Firmwareversion

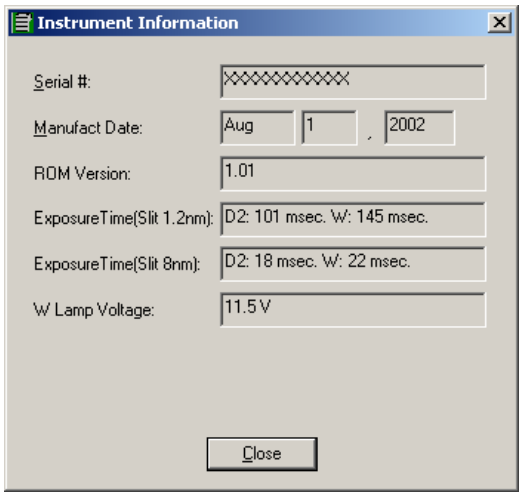
■ Zweck

Prüft die Firmwareversion.

■ Testverfahren

1 Starten Sie "PDA Utility".
☞ "7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms" S. 7-7

2 Wählen Sie die Schaltfläche [Instrument Information].



3 Bestätigen Sie die ROM-Version.

AKZEPTANZKRITERIEN: Versionsnummer wird angezeigt.
Die Nummer entspricht der vom Administrator zugewiesenen.

7.5.5 Prüfung der Betriebsdauer der Lichtquelle

■ Zweck

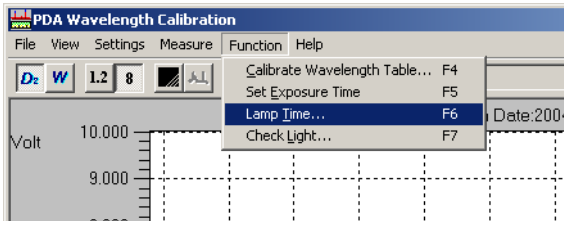
Prüfung der Betriebszeit der Lichtquelle.

■ Testverfahren

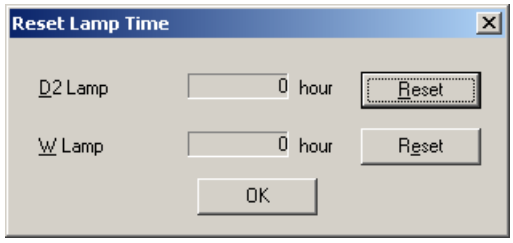
1 Starten Sie "PDA Utility".
"7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms" S. 7-7

2 Wählen Sie die Schaltfläche [Wavelength Calibration].
Das Fenster "PDA Wavelength Calibration" wird angezeigt.

3 Wählen Sie [Function] - [Lamp Time... F6].
"Reset Lamp Time" wird angezeigt.



4 Überprüfen Sie die Betriebszeiten der D2-Lampe und der W-Lampe.



AKZEPTANZKRITERIEN:
Maximale Verwendungszeit der D2-Lampe : 2.000 Stunden
Maximale Verwendungszeit der W-Lampe : 2.000 Stunden

7.5.6 Prüfung der Wellenlängengenauigkeit

■ Zweck

Die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit verifiziert, dass die Differenz zwischen der eingestellten und der tatsächlichen Wellenlänge innerhalb der Akzeptanzkriterien liegt. Diese Prüfung erfolgt automatisch.
Die Ergebnisse werden auf dem Bildschirm angezeigt.

Es gibt zwei Methoden für die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit.

- D2/Ho
  Verwenden Sie die Emissionslinien der D2-Lampe und max. Lambda des Holmiumoxid-(Ho)-Filters, um die Wellenlängengenauigkeit zu prüfen.
  Diese Methode ist einfacher, weil der integrierte Ho-Filter verwendet wird.
- Hg
  Verwenden Sie die Emissionslinien der Hg-(Quecksilber)-Lampe, um die Wellenlängengenauigkeit zu prüfen.
  Diese Methode ist der D2/Ho-Methode gegenüber überlegen, da niedrigere Wellenlängen und mehr Messpunkte verwendet werden können.
  Die Prüfung sollte nach dem Service (Ersetzen bzw. Einstellung des Spiegels) der optischen Bank durchgeführt werden.
  Hg-(Quecksilber)-Lampe und Spezialvorrichtung separat erhältlich.

Wellenlängenprüfmodus	Für die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit verwendete Wellenlängen		
	Maximalwerte des Holmiumoxidfilters	Niederdruck-Hg-(Quecksilber)-Lampenemissionslinien	Emissionslinien der D2-Lampe
D2/Ho	287,6 nm 360,8 nm	-	486,0 nm *656,1 nm
Hg	-	*253,7 nm *404,7 nm *435,8 nm *546,1 nm	-

Hinweis: Die in der Tabelle abgebildeten Wellenlängen sind für einen 1,2 nm Spalt. Wird ein 8 mm Spalt verwendet, prüfen Sie die Wellenlängengenauigkeit bei den mit * (Sternchen) gekennzeichneten Wellenlängen.
Kriterien: Differenz < 1 nm
Die Prüfung wird automatisch durchgeführt, während abwechselnd zwischen den 1,2 nm und 8 mm Schlitzen umgeschaltet wird.

■ Testverfahren

1 Füllen Sie die Zelle mit Wasser, Methanol oder Acetonitril (Essigsäurenitril).

HINWEIS

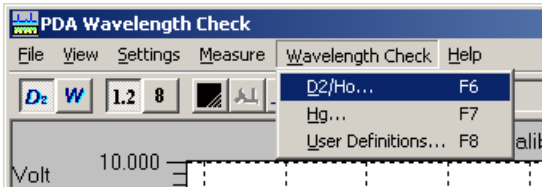
Vergewissern Sie sich, dass alle Luftblasen aus der Detektorzelle entfernt wurden, um präzise Messungen zu gewährleisten.

2 Starten Sie "PDA Utility".
"7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms" S. 7-7

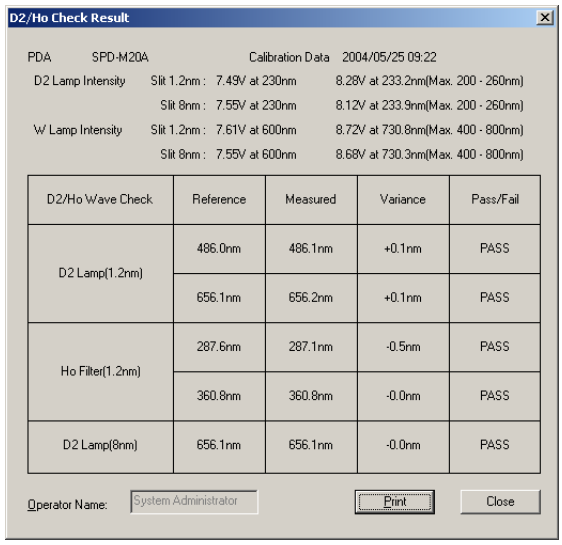
3 Wählen Sie die Schaltfläche [Wavelength Check]. Das Fenster "PDA Wavelength Check" wird angezeigt.

- **Wenn die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit mit der D2-Lampe und dem Holmiumoxidfilter durchgeführt wird, gehen Sie wie nachfolgend beschrieben vor.**

1 Wählen Sie [Wavelength Check] - [D2/Ho].
Die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit wird automatisch durchgeführt, das Ergebnis auf dem Bildschirm angezeigt.

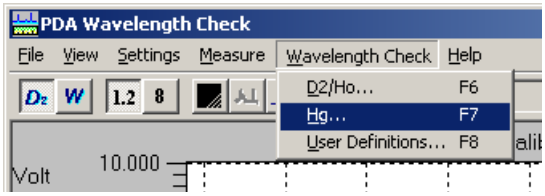


D2/Ho-Wellenlängenprüfung


D2/Ho Check Result
PDA SPD-M20A Calibration Data 2004/05/25 09:22
D2 Lamp Intensity Slit 1.2nm : 7.49V at 230nm 8.28V at 233.2nm(Max. 200 - 260nm)
Slit 8nm : 7.55V at 230nm 8.12V at 233.9nm(Max. 200 - 260nm)
W Lamp Intensity Slit 1.2nm : 7.61V at 600nm 8.72V at 730.8nm(Max. 400 - 800nm)
Slit 8nm : 7.55V at 600nm 8.68V at 730.3nm(Max. 400 - 800nm)
D2/Ho Wave Check | Reference | Measured | Variance | Pass/Fail
D2 Lamp(1.2nm) | 486.0nm | 486.1nm | +0.1nm | PASS
656.1nm | 656.2nm | +0.1nm | PASS
Ho Filter(1.2nm) | 287.6nm | 287.1nm | -0.5nm | PASS
360.8nm | 360.8nm | -0.0nm | PASS
D2 Lamp(8nm) | 656.1nm | 656.1nm | -0.0nm | PASS
Operator Name: System Administrator
Print
Close

- **Wenn die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit mit der Niederdruck-Hg-(Quecksilber)-Lampe durchgeführt wird, gehen Sie wie nachfolgend beschrieben vor.**

1 Wählen Sie [Wavelength Check (W)] - [Hg (H)].

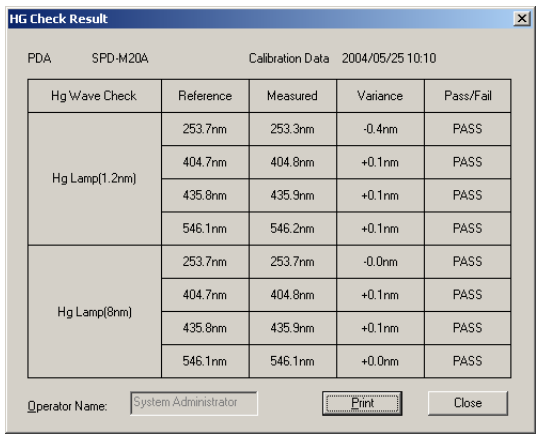


2 Wenn die Dunkelmessung oder dunkle Stromstärkenmessung abgeschlossen ist, wird die Meldung "Set Hg lamp, and turn it on" angezeigt.

3 Trennen Sie die Flusszelle ab und bringen Sie die Hg-Lampenbefestigung an. Schalten Sie die Lampe ein.

4 Wählen Sie [OK] und schalten Sie die Vorrichtung den Bildschirmmeldungen gemäß ein/aus.
Die Prüfung der Wellenlängengenauigkeit wird automatisch durchgeführt, das Ergebnis auf dem Bildschirm angezeigt.

Hg-Wellenlängenprüfung


HG Check Result
PDA SPD-M20A Calibration Data 2004/05/25 10:10
Hg Wave Check | Reference | Measured | Variance | Pass/Fail
Hg Lamp(1.2nm) | 253.7nm | 253.3nm | -0.4nm | PASS
404.7nm | 404.8nm | +0.1nm | PASS
435.8nm | 435.9nm | +0.1nm | PASS
546.1nm | 546.2nm | +0.1nm | PASS
Hg Lamp(8nm) | 253.7nm | 253.7nm | -0.0nm | PASS
404.7nm | 404.8nm | +0.1nm | PASS
435.8nm | 435.9nm | +0.1nm | PASS
546.1nm | 546.1nm | +0.0nm | PASS
Operator Name: System Administrator
Print
Close

AKZEPTANZKRITERIEN:
Alle Beurteilungen zeigen [PASS] an.
Die Wellenlängendifferenzen sollten bei allen Wellenlängen innerhalb von 1 nm liegen.

- Typische Fehlerursachen und deren Korektur

Ursache	Korrektur
Luftblasen in der Flusszelle.	Entfernen Sie die Luftblasen aus der Flusszelle.
Das Lösungsmittel in der Flusszelle absorbiert.	Ersetzen Sie das Lösungsmittel in der Flusszelle mit Wasser, Methanol oder Acetonitril.
Das Fenster der Flusszelle ist verschmutzt.	Reinigen Sie die Flusszelle. "8.2 Reinigung der Flusszelle" S. 8-4
Die Kalibration der Wellenlängengenauigkeit wurde nicht ordnungsgemäß durchgeführt.	Führen Sie die Kalibration der Wellenlängengenauigkeit durch. "8.6 Wellenlängenkalibration" S. 8-18
Probleme mit der optischen Bank (z. B. Spiegel oder Linse verschmutzt/abgenutzt).	Warten Sie die optische Bank (wenden Sie sich an die örtliche Shimadzu-Vertretung oder Vertriebsniederlassung).

■ Messen der Wellenlängengenauigkeit

Im SPD-M20A wird die Kalibration der Wellenlängengenauigkeit mittels des max. Lambda eines Ho-Filters (360,8 nm) und der Emissionslinien einer D2-Lampe (656,1 nm) durchgeführt.

Alternativ kann die im JIS-Standard nachfolgend beschriebene Methode zur Kalibration der Wellenlängengenauigkeit mittels der Hg-(Quecksilber)-Lampe und der D2-Lampen eingesetzt werden.

(Zusätzliche Erläuterung)

Die beim Wellenlängen-Genauigkeitstest verwendete Hg-(Quecksilber)-Lampe wird von Shimadzu spezifiziert. Das Testergebnis wird durch direkten Vergleich mit den lampenintrinsischen Emissionslinien (universelle physische Konstanten) beurteilt. Die Nachverfolgbarkeit der universellen physischen Konstanten wird im folgenden Dokument beschrieben.

Empfohlene Praxis
Medizinische Produkte und pharmazeutische Kalibrationssicherungsysteme, 10. Juli 1986, Nationale Konferenz der Standardisierungslabore "5.2.2 Zusätzliche Dokumentation zwecks Zurückverfolgbarkeit (wie vorgeschrieben): Die Verwendung von Kalibrationsstandards wie physikalische Naturkonstanten, abgeleitete Standards, Standard-Referenzmaterialien oder interne Standards, die nicht auf nationale Standards zurückzuführen sind, erfordert eine geeignete Dokumentation, um die Gültigkeit der angewendeten Kalibrationsstandards darzulegen."

7.5.7 Prüfung der Lampenintensität

■ Zweck

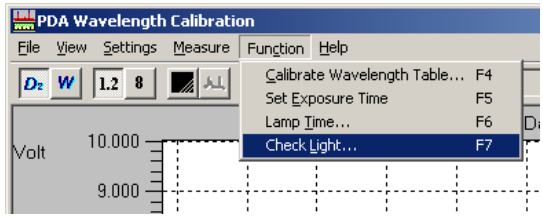
Überprüfung der Intensität der D2-Lampe und der W-Lampe.

1 Füllen Sie die Zelle mit Wasser, Methanol oder Acetonitril.

2 Starten Sie [PDA Utility].
"7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms" S. 7-7

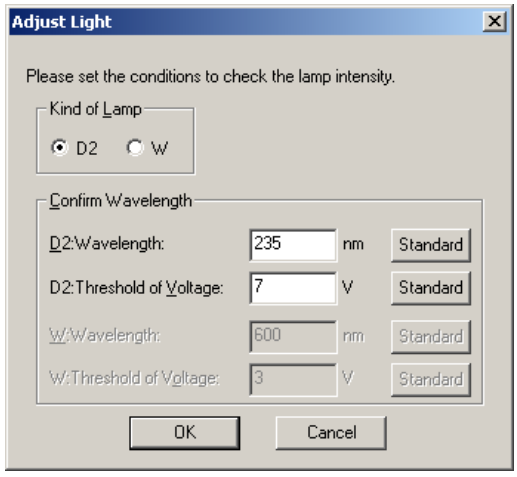
3 Wählen Sie die Schaltfläche [Wavelength Calibration]. Das Fenster "PDA Wavelength Calibration" wird angezeigt.

4 Wählen Sie [Function] - [Check Light F7]. "Adjust Light" wird angezeigt.



5 Wählen Sie die D2- oder die W-Lampe.

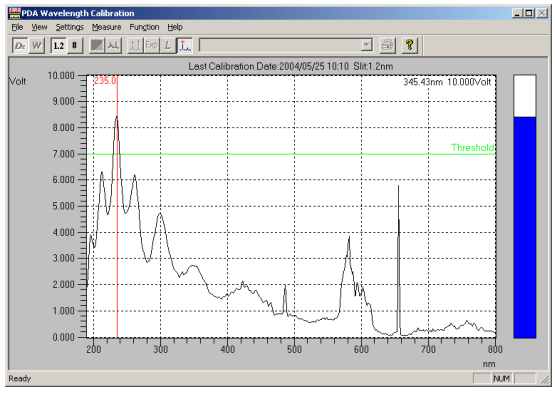
6 Geben Sie die für die Prüfung und den Schwellenwert (Kriterien) verwendete Wellenlänge ein.



7 Wählen Sie die Schaltfläche [OK]. Der Bildschirm "PDA Wavelength Calibration" wird angezeigt.

8 Bestätigen Sie, dass die maximale Spannung um die ausgewählte Wellenlänge höher ist als der eingestellte Schwellenwert.

9 Wiederholen Sie die Prüfung nach Änderung der Lichtquelle.



AKZEPTANZKRITERIUM:
D2-Lampe : Maximale Intensität bei ca. 200 - 260 nm ≥ 3,5 V
W-Lampe : Maximale Intensität um 400 - 800 nm ≥ 2,5 V

■ Einstellung der korrekten Akzeptanzkriterien während der periodischen Wartung

- Die Lampenintensität nimmt für sowohl die D2-Lampe als auch die W-Lampe nach und nach ab und das Rauschen nimmt in den Basislinien zu.
- Im Falle der D2-Lampe kann auch nach 2.000 Betriebsstunden die gleiche Lampe verwendet werden, selbst wenn die Lampenintensität niedrig wird, so lange das Signal-Rauschen-Verhältnis zufriedenstellend ist. Die Akzeptanzkriterien für die Lampenintensitätsprüfung sind anhand der erforderlichen Empfindlichkeit festzulegen, so dass die Lampe nicht ersetzt werden muss, so lange sie für die spezifischen Anwendungen ordnungsgemäß funktioniert.
- Im Falle der W-Lampe beträgt die tatsächliche Lebensdauer der Lampe für Sicherheitsverwendungen 2.000 Stunden. Bitte ersetzen Sie die Lampe unabhängig von deren Zustand nach 2.000 Betriebsstunden.

- Wird die Prüfung nicht bestanden, prüfen Sie die Lampenintensität mit Hilfe einer Dummy-Zelle. Ist das Ergebnis mit der Dummy-Zelle in Ordnung, muss die Flusszelle als Fehlerursache betrachtet werden. Die optische Bank oder die Einstellung der Belichtungszeit ist fehlerhaft, wenn das Gerät die Prüfung auch mit einer Dummy-Zelle nicht besteht.

Ursache	Gegenmaßnahmen
Luftblasen in der Flusszelle.	Entfernen Sie die Luftblasen aus der Flusszelle.
Das Lösungsmittel in der Flusszelle absorbiert Licht.	Ersetzen Sie das Lösungsmittel in der Flusszelle mit Wasser, Methanol oder Acetonitril.
Das Fenster der Flusszelle ist verschmutzt.	Reinigen Sie die Flusszelle. "8.2 Reinigung der Flusszelle" S. 8-4
Lampe hat Lebensdauer überschritten.	Überprüfen Sie die Betriebszeiten der D2-Lampe und der W-Lampe. Ersetzen Sie die Lampen, wenn die Betriebszeit die Kriterien überschritten hat. "7.5.5 Prüfung der Betriebsdauer der Lichtquelle" S. 7-10 "8.4 Ersetzen der Lampen" S. 8-11
Belichtungszeit zu kurz.	Stellen Sie die Belichtungszeit ein. "8.5 Einstellung der Belichtungszeit" S. 8-17
Spiegel oder Linse verschmutzt/abgenutzt.	Warten Sie die optische Bank (wenden Sie sich an die örtliche Shimadzu-Vertretung oder Vertriebsniederlassung).

7.5.8 Linearitätsprüfung

■ Zweck

Bei der Linearitätsprüfung wird die Flusszelle mit einer Lösung aus Koffein und Wasser gespült, die Absorption wird bei verschiedenen Koffeinkonzentrationen gemessen, und es wird geprüft, ob Linearität zwischen dem Koffeinabsorptionswert und der Konzentration vorliegt.

■ Für die Prüfung benötigt

Name des Teils	Beschreibung
Koffein-Set (5 Konzentrationen)	Teile-Nr: 228-45725-91 Koffein-/Wasser-Lösung
Spritze	Standardzubehör für den Koffein-Satz (5 Konzentrationen) und das Gerät
Spritzenadapter	Standardzubehör
Wasser	Zum Reinigen, HPLC-Qualität oder entsprechende
Methanol	Zum Reinigen, HPLC-Qualität oder entsprechende

■ Testverfahren

1 Spülen Sie die Flusslinie der Flusszelle mit Methanol unter Verwendung einer Spritze und des Spritzenadapters.
☞ "8.2 Reinigung der Flusszelle" S. 8-4

HINWEIS

Die Messungen können nur dann genau sein, wenn die Flusszelle gereinigt ist. Falls notwendig, mit 2-Propanol spülen.

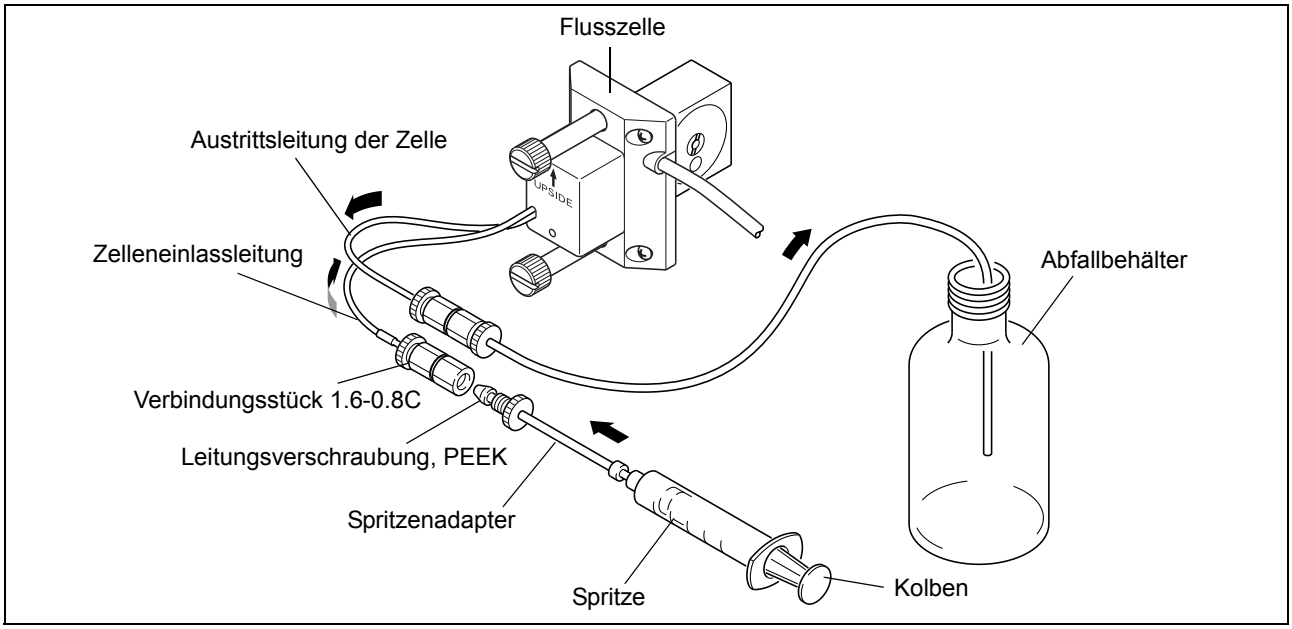


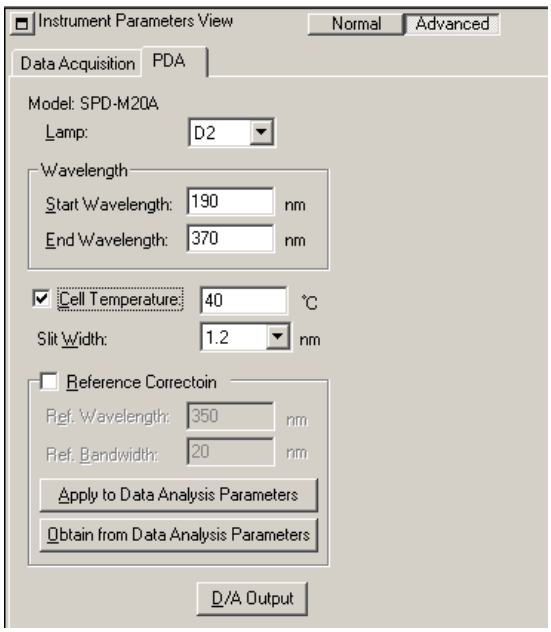
Abb. 7.1

2 Starten Sie "LCsolution". Angaben zum Betrieb von LCsolution finden Sie im dazugehörigen Handbuch.

3 Rufen Sie [Instrument Parameters View] auf und klicken Sie dann auf [Advanced]. Legen Sie die notwendigen Parameter wie nachfolgend beschrieben fest.

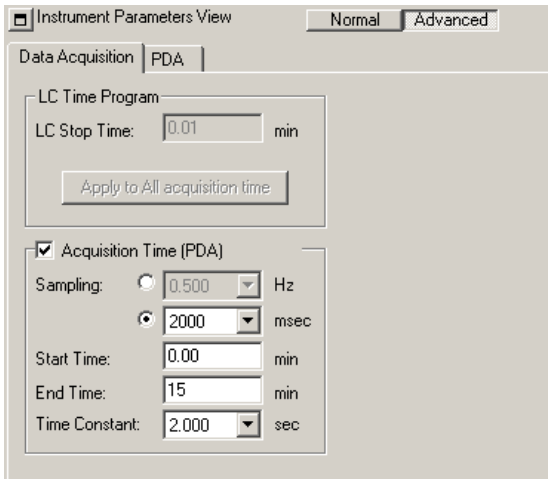
"PDA" -Registerkarte

- [Lamp] : D2
- [Start Wavelength] : 190 nm
- [End Wavelength] : 370 nm
- [Cell Temperature] : 40 °C
- [Slit Width] : 1,2 nm

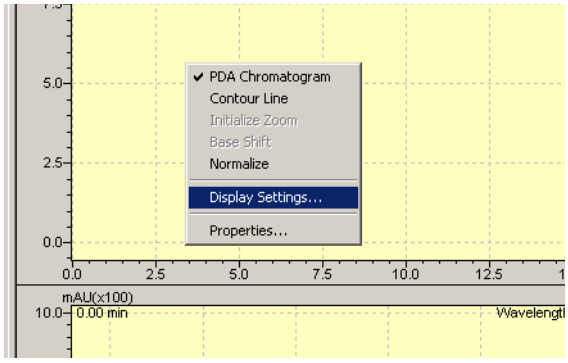


"Data Acquisition Time"-Registerkarte

- [Acquisition Time (PDA)] : AKTIVIERT
- [Sampling] : 2000 msec
- [Start Time] : 0,00 min
- [End Time] : 15,00 min
- [Time Constant] : 2,000 s

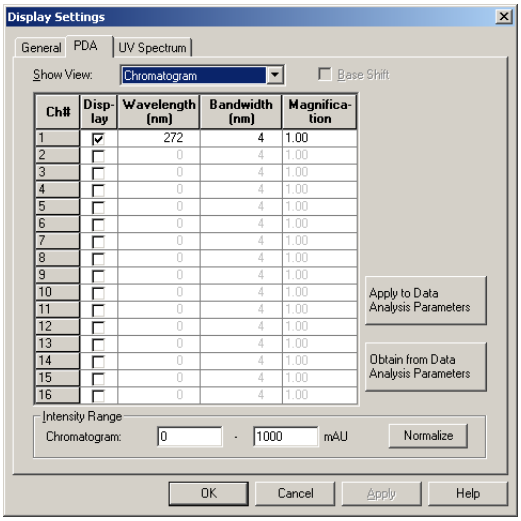


4 Rechtsklicken Sie auf den Überwachungsbildschirm und klicken Sie dann auf [Display Settings].



7

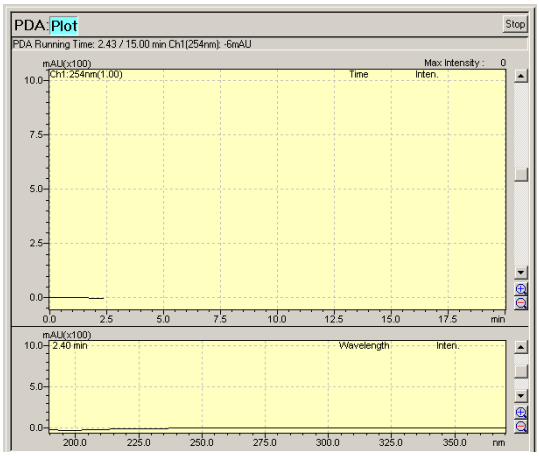
5 Stellen Sie die angezeigte Wellenlänge auf 272 nm und die Bandbreite auf 4 nm ein.



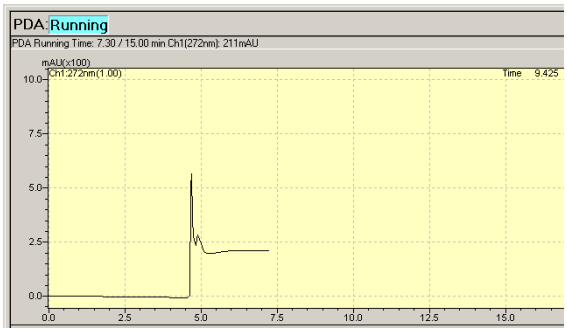
6 Starten Sie das Plotten der Basislinie.

7 Füllen Sie die Flusszelle unter Verwendung einer Spritze und des Spritzenadapters mit Wasser. Warten Sie ca. 30 s, ohne die Spritze abzunehmen, und überprüfen Sie, dass die Basislinie sich stabilisiert hat.

8 Stoppen Sie das Plotten der Basislinie und starten Sie die Analyse.



9 Warten Sie ca. 1 Minute und überprüfen Sie, dass sich die Basislinie stabilisiert hat.



HINWEIS

Gehen Sie zum nächsten Schritt, ohne die Analyse zu stoppen.

10 Spülen Sie die Spritze mit etwa 2 ml Koffein-/Wasser-Lösung (10 mg/l). Entsorgen Sie nach dem Spülen die Flüssigkeit in der Spritze.

11 Füllen Sie die Flusszelle mit der Spritze mit etwa 2 ml Koffein-/Wasser-Lösung (10 mg/l).

HINWEIS

Vergewissern Sie sich, dass keine Luftblasen eindringen.

12 Warten Sie ca. 30 s, ohne die Spritze abzunehmen, und überprüfen Sie, dass die Absorption sich stabilisiert hat. Stoppen Sie dann die Analyse.

13 Lesen Sie den Absorptionswert mit dem Cursor ab und notieren Sie den Wert.

14 Führen Sie dasselbe Verfahren (Spritze spülen und Flusszelle füllen) für die restlichen vier Koffein-/Wasser-Lösungen durch (15 mg/l, 20 mg/l, 25 mg/l und 30 mg/l), und notieren Sie die Absorptionswerte.

15 Berechnen Sie die Absorptionsabweichungen für jede Lösung.

Tragen Sie anstelle der Zahlen (1) bis (5) in der folgenden Tabelle die Probenkonzentrationswerte ein.
Tragen Sie anstelle der Buchstaben (A) bis (E) in der folgenden Tabelle die gemessenen Absorptionswerte für jede Lösung ein.
Berechnen Sie die relative Empfindlichkeit für jede Konzentration, gemäß der in der folgenden Tabelle angegebenen Formel, und zeichnen Sie sie auf.
Berechnen Sie die mittlere relative Empfindlichkeit mit der folgenden Formel, und notieren Sie sie.
mittlere relative Empfindlichkeit = (① + ② + ③) / 3
Berechnen Sie mit der folgenden Formel die Abweichung jeder Konzentration, und notieren Sie sie.
Abweichung [%] = (relative Empfindlichkeit – mittlere relative Empfindlichkeit) / mittlere relative Empfindlichkeit × 100 [%]

Name des Teils	Probenkon-zentration [mg/l]	Absorption [AU]	Relative Empfindlichkeit [AU/(mg/l)]	Abweichung [%]
Koffein-/Wasser-Lösung (10 mg/l)	(1)	(A)	①=(A) / (1)	
Koffein-/Wasser-Lösung (15 mg/l)	(2)	(B)	②=(B) / (2)	
Koffein-/Wasser-Lösung (20 mg/l)	(3)	(C)	③=(C) / (3)	
Koffein-/Wasser-Lösung (25 mg/l)	(4)	(D)	④=(D) / (4)	
Koffein-/Wasser-Lösung (30 mg/l)	(5)	(E)	⑤=(E) / (5)	

AKZEPTANZKRITERIUM: Abweichung maximal ±5,0 % für jede Konzentration

7.5.9 Prüfung von Drift / Rauschen

■ Zweck

Prüfung, ob die Werte für Drift und Rauschen festgelegten Kriterien entsprechen.

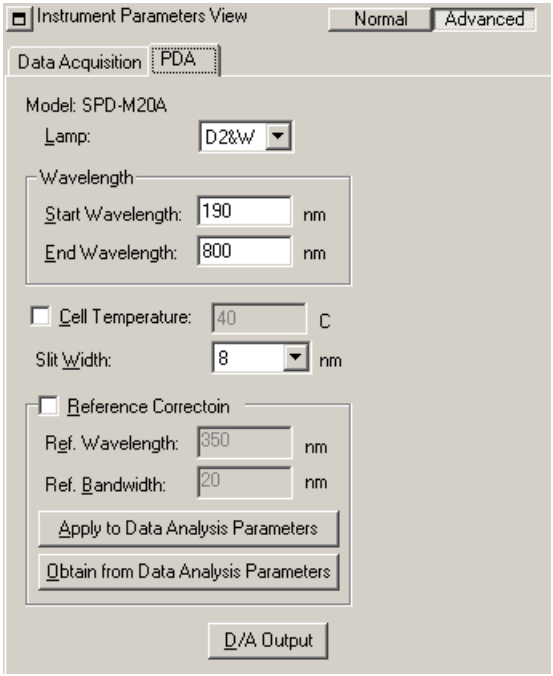
1 Entfernen Sie die Säule und bringen Sie die Gegendruckkapillare an.
Pumpen Sie Methanol mit einer Durchsatzrate von 1 ml/min durch das System.

2 Starten Sie "LCsolution".
Angaben zum Betrieb von LCsolution sind dem dazugehörigen Handbuch zu entnehmen.

3 Wählen Sie [Instrument Parameter View] - [Advanced]. Geben Sie die folgenden Parameter ein:

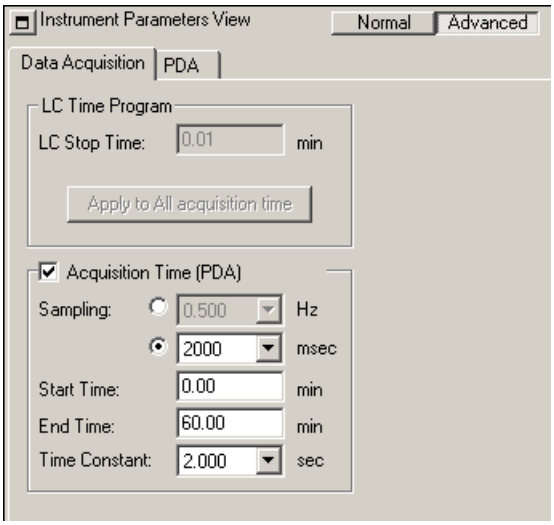
"PDA"-Registerkarte

- [Lamp] : D2&W
- [Start Wavelength] : 190 nm
- [End Wavelength] : 800 nm
- [Cell Temperature] : DEAKTIVIERT
- [Slit Width] : 8 nm
- [Reference Correction] : DEAKTIVIERT

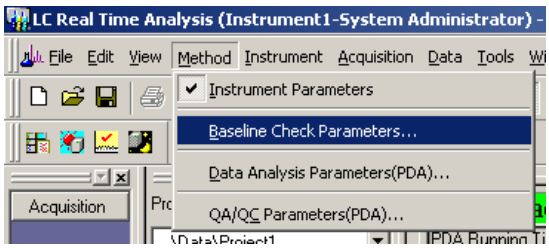


"Data Acquisition"-Registerkarte

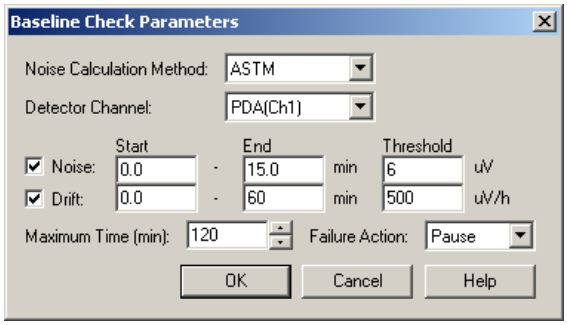
- [Acquisition Time (PDA)] : AKTIVIERT
- [Sampling] : 2000 msec
- [Start Time] : 0,00 min
- [End Time] : 60,00 min
- [Time Constant] : 2,000 s



4 Wählen Sie [Method] - [Baseline Check Parameters] und stellen Sie die jeweiligen Parameter dann wie folgt ein.
Wählen Sie nach der Einstellung [OK].

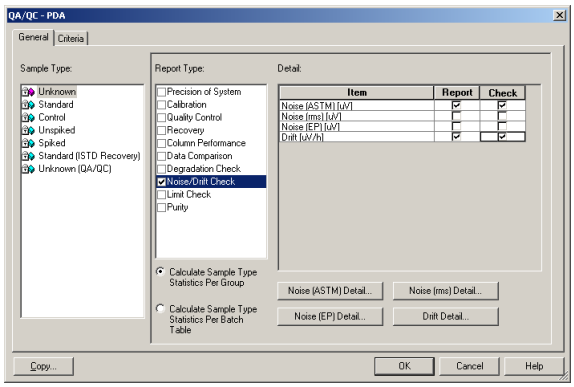


- [Noise Calculation Method]: ASTM
- [Detector Channel] : PDA (ch1)
- [Noise] : 0,0-15,0 min 50 µV
- [Drift] : 0,0-60,0 min 2000 µV/h
- [Maximum Time] : 120 min
- [Failure Action] : Pause

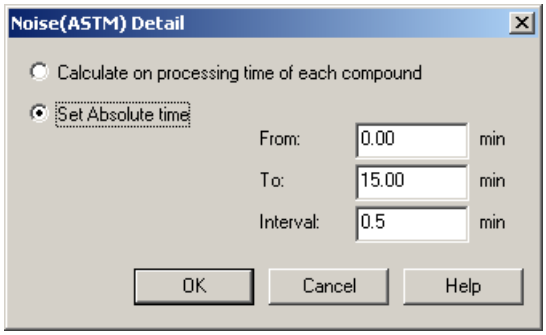

Baseline Check Parameters
Noise Calculation Method: ASTM
Detector Channel: PDA(Ch1)
Start End Threshold
Noise: 0.0 - 15.0 min 6 uV
Drift: 0.0 - 60 min 500 uV/h
Maximum Time (min): 120
Failure Action: Pause
OK Cancel Help

5 Wählen Sie [Method] - [(PDA) QA/QC Parameters] und stellen Sie die Werte dann wie folgt ein.
Wählen Sie nach der Einstellung [OK].

- Report Type: Aktivieren Sie [Noise/Drift Check].
- Details: Aktivieren Sie sowohl [Report] als auch [Check] für [Noise (ASTM) [µV]] und [Drift [µV/h]].



6 Wählen Sie [Noise (ASTM) Detail] und stellen Sie dann die Parameter wie abgebildet ein. Wählen Sie nach der Einstellung [OK].



7 Wählen Sie [Drift Detail] und stellen Sie dann die Parameter wie abgebildet ein. Wählen Sie nach der Einstellung [OK].

7

Das Ausgangsrauschen wird mit 15 Minuten Basislinien-Rauschdaten berechnet. Die gesamte Basislinie wird in Fragmente zu jeweils 30 s unterteilt. Peak-to-Peak-Rauschen wird für die einzelnen Fragmente gemessen. Der Durchschnitt der Rauschwerte wird als definiertes Rauschen ausgegeben. Dadurch werden Driftauswirkungen für jedes Fragment beseitigt.

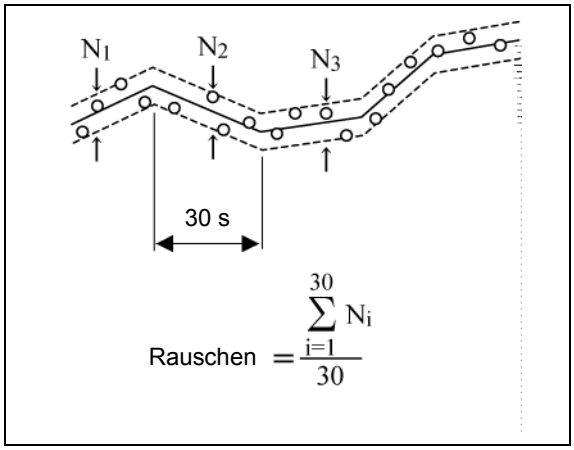


Abb. 7.2

AKZEPTANZKRITERIEN:
Akzeptanzkriterien des SPD-M20A
Drift innerhalb von $2{,}0 \times 10^{-3}$ AU/h
Rauschen innerhalb von $5{,}0 \times 10^{-5}$ AU
(Wellenlänge 250 nm, bei MAX. Zimmertemperaturschwankung von 1 °C)
Die Berechnungsmethoden für Drift und Rauschen werden anhand der Methoden der ASTM (American Society for Testing and Materials) definiert.

7.6 Validierung des Systems

- Das LC-System besteht aus einer Vielzahl einzelner Komponenten. Die Validierung des Systems dient zur Bestätigung der Funktion der einzelnen Komponenten sowie der Leistung des gesamten Systems.
- Das in diesem Abschnitt beschriebene Standardverfahren für die Systemvalidierung wird verwendet, um zu prüfen, ob das LC-System ordnungsgemäß funktioniert. Es stellt die Basis der Funktionsprüfung des LC-Systems dar.
- Eine Validierung des Systems wird bei der Aufstellung des Gerätes und danach in regelmäßigen Abständen ausgeführt. Wenn während des Betriebs ein Fehler auftritt, kann eine Validierung des Systems ausgeführt werden, um zu bestimmen, ob die Ursache im LC-System oder in der Analysemethode liegt.
- Wenn das LC-System die Validierung des Systems besteht, kann angenommen werden, dass das LC-System ordnungsgemäß funktioniert, und das Problem in den verwendeten Analysemethoden bzw. -bedingungen begründet liegt.
- Wenn das LC-System die Validierung des Systems nicht besteht, ist von einer Unregelmäßigkeit im System auszugehen. In diesem Fall muss eine Validierung der Komponenten ausgeführt werden, um die fehlerhaften Komponenten zu identifizieren.

7.6.1 Validierung eines isokratischen LC-Systems

■ Zweck

Eine Analyse wird ausgeführt, und die Retentionszeit und Peakfläche für jeden Peak werden ermittelt. Danach werden diese Daten auf ihre Reproduzierbarkeit überprüft. Die Reproduzierbarkeit der Daten validiert das System.
In der Regel besteht das zu validierende System mindestens aus den folgenden Komponenten: Pumpe, Säulenofen, Autoinjektor, Detektor, Systemcontroller und Datenprozessor.

■ Für die Prüfung benötigt

Gegenstand	Beschreibung
Mobile Phase	Mischung von Wasser und Methanol (3/2, v/v) ∗ Wasser und Methanol müssen HPLC-Qualität besitzen.
Säule	Shim-pack VP-ODS (Teile-Nr. 228-34937-91), LUNA C18 (2) (Teile-Nr. 00F-4252-E0) oder gleichwertige ODS-Säule (Partikelgröße: 5 µm, Säulenabmessungen: Innendurchmesser 4,6 mm × Länge 150 mm)
Probe	20 mg/l Koffeinlösung (enthalten im Koffein-Set (5 Konzentrationen), Teile-Nr. 228-45725-91) <Vorbereitung> Wiegen Sie 20 mg wasserfreies Koffein ab, geben Sie dieses in einen 100-ml-Messkolben, und füllen Sie mit Wasser auf. Geben Sie 1 ml dieser Lösung in einen 10-ml-Messkolben, und füllen Sie mit Wasser auf.
Wasser	HPLC-Qualität, oder entsprechende
2-Propanol	HPLC-Qualität, oder entsprechende

■ Prüfen und Vorbereiten des LC-Systems

1 Prüfen Sie alle Kabelverbindungen im LC-System. Detaillierte Anleitungen finden Sie in den Handbüchern der einzelnen Komponenten.
Wenn ein Integrator (Chromatopac) verwendet wird, muss dieser mit Hilfe des mit dem Integrator (Chromatopac) mitgelieferten Anschlussteils an das Signalkabel des Detektors angeschlossen werden. Das Signalkabel muss dann mit den Integrator-Anschlussklemmen am Detektor verbunden werden.

* Wenn das System normalerweise mit einem Integrator (Chromatopac) oder einer LC-Workstation betrieben wird, genügen die gewöhnlich für die Analyse verwendeten Verbindungen.

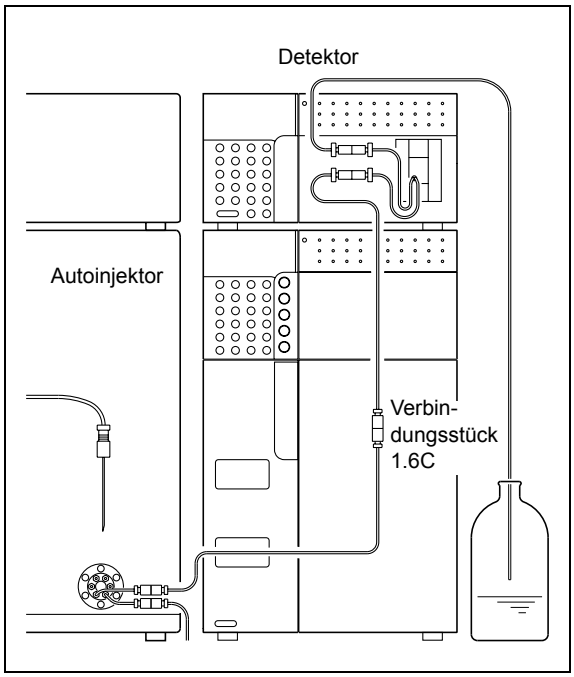


Abb. 7.3

2 Prüfen Sie die Flusslinienverbindungen des LC-Systems.
Achten Sie darauf, dass die Leitung zwischen (a) der Austrittsöffnung des Autoinjektors und der Einlassöffnung der Säule sowie (b) der Austrittsöffnung der Säule und der Einlassöffnung des Detektors einen Innendurchmesser unter 0,3 mm aufweist und kürzer als 300 mm ist.
Halten Sie das Flüssigkeitsvolumen außerhalb der Säule so gering wie möglich.

3 Reinigen Sie die Flusslinien des Systems. Verwenden Sie hierzu eines der im Folgenden beschriebenen Verfahren.
Achten Sie darauf, vor dem Reinigen der Flusslinien die Säule vom System zu trennen und die Einlassöffnung und Austrittsöffnung der Säule mit einem Verbindungsstück 1.6C zu verbinden. ("Abb. 7.3").

<Bei neuen Systemen>
Reinigen Sie die Flusslinien zunächst mit 2-Propanol und dann mit Wasser. Lassen Sie beide Male die Flüssigkeit bei einer Förderrate von 2 ml/min 10 Minuten lang durch die Flusslinien laufen.

<Bei Systemen, in denen eine mobile Phase mit niedriger Dielektrizitätskonstante (wie z. B. Hexan) verwendet wird>
Das Verfahren entspricht dem oben angegebenen für neue Systeme.

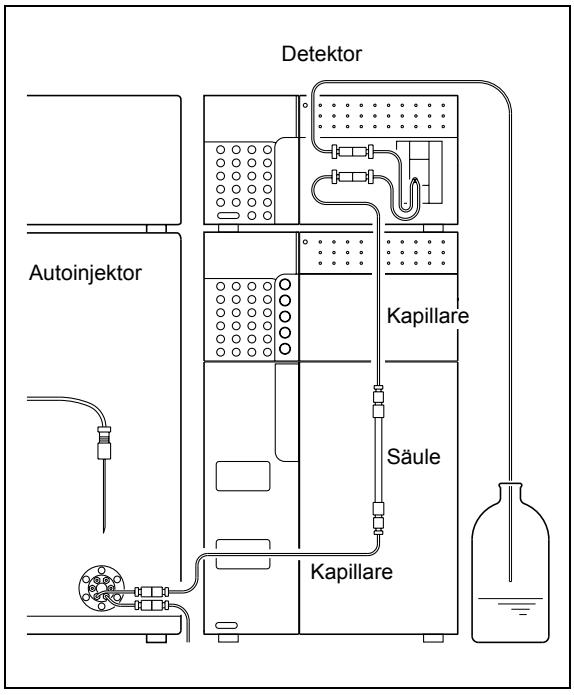


Abb. 7.4

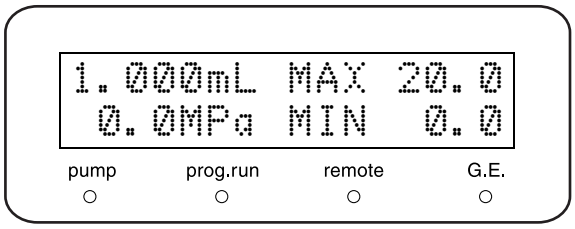
<Bei Systemen, in denen eine Mischung aus Wasser und einem organischen Lösungsmittel oder eine Mischung aus Wasser und einem mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittel (Methanol, Acetonitril usw.) verwendet wurde>
Reinigen Sie die Flusslinien mit Wasser. Lassen Sie das Wasser bei einer Förderrate von 2 ml/min 10 Minuten lang durch die Flusslinien laufen.

4 Gießen Sie nach Abschluss der Reinigung mobile Phase (Wasser und Methanol im Verhältnis 3:2 nach Vol.) in die Lösungsmittelflasche und schließen Sie die Säule wieder an das LC-System an ("Abb. 7.4").

■ Validierungsverfahren

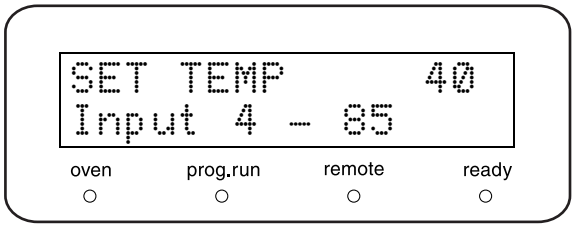
1 Stellen Sie die Förderrate der Pumpe auf 1 ml/min. Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch der Pumpe.

Anzeigebildschirm der Pumpe



2 Stellen Sie die Säulenofentemperatur auf 40 °C. Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Säulenofens.

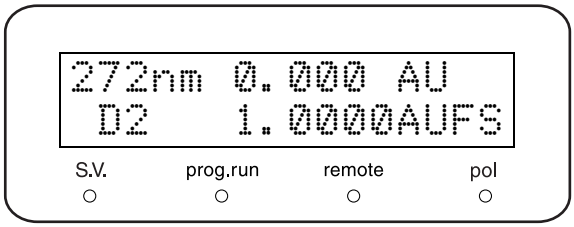
Anzeigebildschirm des Säulenofens



3 Drücken Sie auf dem Tastenfeld der Pumpe die Taste (pump), und auf dem Säulenofen die Taste (oven). Der Pumpvorgang und die Temperaturregelung werden gestartet. Überprüfen Sie, dass Flüssigkeit durch die Austrittsleitung des Detektors fließt und keine Lecks in den Verbindungen bestehen.

4 Stellen Sie die Detektorparameter ein.
☞ "Parametereinstellungen für die Validierung eines isokratischen Systems" S. 7-27
Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Detektors.

Anzeigebildschirm des Detektors



7

5 Stellen Sie die Autoinjektor-Parameter ein.
☞ "Parametereinstellungen für die Validierung eines isokratischen Systems" S. 7-27

Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Autoinjektors.

6 Stellen Sie die Parameter des Datenprozessors ein.
☞ "Parametereinstellungen für die Validierung eines isokratischen Systems" S. 7-27

Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Datenprozessors.

7 Überwachen Sie die Basislinie.
Wenn sich die Basislinie stabilisiert hat, drücken Sie die Taste **zero** des Detektors, und injizieren Sie 10 µl der mobilen Phase, und stellen Sie sicher, dass keine Peaks zu beobachten sind.

8 Injizieren Sie sechsmal 10 µl des Test-Standards, und analysieren Sie die ermittelten Daten.

9 Ermitteln Sie aus den Peakdaten der sechs Analysen die relative Standardabweichung (Variationskoeffizient (C.V.)) für Retentionszeit und Peakfläche ("Abb. 7.5").

$$RSD(C.V.)=(SD/\overline{X}) \times 100$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(Xi-\overline{X})^2}{n-1}}$$

$\overline{X} = (X1 + X2 \bullet\bullet\bullet\bullet Xn - 1 + Xn)/n$

n	:	Anzahl der Analysen
$X1 \bullet\bullet Xn$	:	Retentionszeit (oder Bereiche) der einzelnen Peaks
$\overline{X}$	:	Mittelwert
SD	:	Standardabweichung
RSD	:	Relative Standardabweichung
$C.V.$	:	Variationskoeffizient

Abb. 7.5

■ Parametereinstellungen für die Validierung eines isokratischen Systems

Im Folgenden finden Sie eine Aufstellung der bei der Validierung eines isokratischen Systems zu verwendenden Parameter für verschiedene Geräte:

• Pumpe	Förderrate	: 1 ml/min
	P.Max	: 20,0 MPa
• Säulenofen	Ofentemperatur	: 40°C
• Zeitprogramm	5,00 STOP	
• Autoinjektor.	RINSE VOLUME	: 200 µl
	RINSE SPEED	: 35 µl/s
	SAMPLING SPEED	: 15 µl/s
	RINSE MODE	: 0 (Keine Nadelspülung)
• Detektor	Wellenlänge	: 272 nm
	AUX RNG	: 2 (1 AU/V)
	RESPONSE	: 3 (0,5 s) Für SPD-M20A, müssen Response (Zeitkonstante) und Probenrate auf 640 ms eingestellt werden.
• Datenprozessor	WIDTH	: 5
	DRIFT	: 0
	T.DBL	: 1.000
	ATTEN	: 10 (1.024 mAUFS)
	SLOPE	: 1.000
	MIN.AREA	: 100.000
	STOP.TM	: 5

AKZEPTANZKRITERIEN
Die ermittelte relative Standardabweichung (Variationskoeffizient) muss den folgenden Kriterien genügen:

RSD der Retentionszeit darf 0,5 % nicht überschreiten.
RSD der Peakfläche darf 1,0 % nicht überschreiten.

7.6.2 Validierung eines Gradienten-LC-Systems

■ Zweck

Eine Analyse wird ausgeführt, und die Retentionszeit und Peakfläche für jeden Peak werden ermittelt. Danach werden diese Daten auf ihre Reproduzierbarkeit überprüft. Die Reproduzierbarkeit der Daten validiert das System. In der Regel besteht das zu validierende System aus mindestens den folgenden Komponenten: Pumpe, Säulenofen, Autoinjektor, Detektor, Systemcontroller und Datenprozessor.

■ Für die Prüfung benötigt

Gegenstand	Beschreibung
Mobile Phasen	A: Destilliertes Wasser B: Methanol A/B = 60 %/40 % * Wasser und Methanol müssen HPLC-Qualität besitzen.
Säule	Shim-pack VP-ODS (Teile-Nr. 228-34937-91), LUNA C18 (2) (Teile-Nr. 00F-4252-E0) oder gleichwertige ODS-Säule (Partikelgröße: 5 µm, Säulenabmessungen: Innendurchmesser 4,6 mm × Länge 150 mm)
Probe	20 mg/l Koffeinlösung (enthalten im Koffein-Set (5 Konzentrationen), Teile-Nr. 228-45725-91) <Vorbereitung> Wiegen Sie 20 mg wasserfreies Koffein ab, geben Sie dieses in einen 100-ml-Messkolben, und füllen Sie mit Wasser auf. Geben Sie dann 1 ml dieser Lösung in einen 10-ml-Messkolben, und füllen Sie mit Wasser auf.
Wasser	HPLC-Qualität, oder entsprechend
2-Propanol	HPLC-Qualität, oder entsprechend

■ Prüfen und Vorbereiten des LC-Systems

1 Prüfen Sie alle Kabelverbindungen im LC-System. Detaillierte Anleitungen finden Sie in den Handbüchern der einzelnen Komponenten. Wenn ein Integrator (Chromatopac) verwendet wird, muss dieser mit Hilfe des mit dem Integrator (Chromatopac) mitgelieferten Anschlussteils an das Signalkabel des Detektors angeschlossen werden. Das Signalkabel muss dann mit den Integrator-Anschlussklemmen am Detektor verbunden werden.

* Wenn das System normalerweise mit einem Integrator (Chromatopac) oder einer LC-Workstation betrieben wird, genügen die gewöhnlich für die Analyse verwendeten Verbindungen.

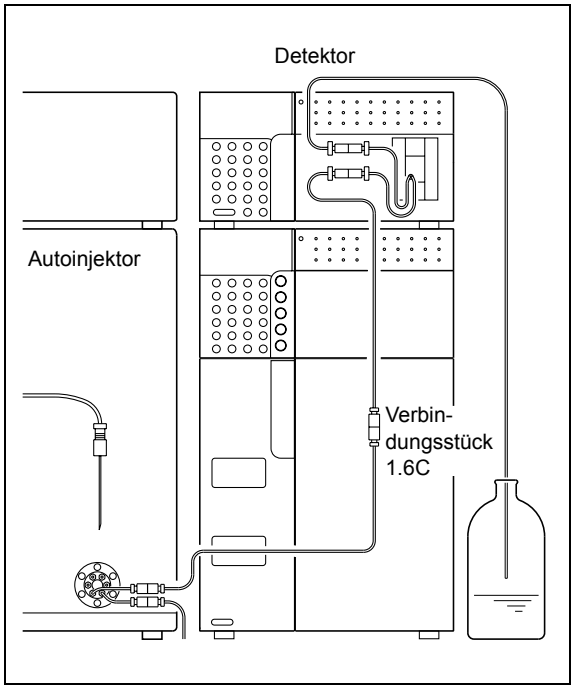


Abb. 7.6

2 Prüfen Sie die Flusslinienverbindungen des LC-Systems.
Achten Sie darauf, dass die Leitung zwischen (a) der Austrittsöffnung des Autoinjektors und der Einlassöffnung der Säule sowie (b) der Austrittsöffnung der Säule und der Einlassöffnung des Detektors einen Innendurchmesser unter 0,3 mm aufweist und kürzer als 300 mm ist.
Halten Sie das Flüssigkeitsvolumen außerhalb der Säule so gering wie möglich.

3 Reinigen Sie die Flusslinien des Systems.
Verwenden Sie hierzu eines der im Folgenden beschriebenen Verfahren.
Achten Sie darauf, vor dem Reinigen der Flusslinien die Säule vom System zu trennen und die Einlassöffnung und Austrittsöffnung der Säule mit einem Verbindungsstück 1.6C zu verbinden ("Abb. 7.6").

<Bei neuen Systemen>
Reinigen Sie die Flusslinien zunächst mit 2-Propanol und dann mit Wasser. Lassen Sie beide Male die Flüssigkeit bei einer Förderrate von 2 ml/min 10 Minuten lang durch die Flusslinien laufen.

<Bei Systemen, in denen eine mobile Phase mit niedriger Dielektrizitätskonstante (wie z. B. Hexan) verwendet wird>
Das Verfahren entspricht dem oben angegebenen für neue Systeme.

<Bei Systemen, in denen eine Mischung aus Wasser und einem organischen Lösungsmittel oder eine Mischung aus Wasser und einem mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmittel (Methanol, Acetonitril usw.) verwendet wurde>
Reinigen Sie die Flusslinien mit Wasser. Lassen Sie das Wasser bei einer Förderrate von 2 ml/min 10 Minuten lang durch die Flusslinien laufen.

4 Gießen Sie nach dem Abschluss der Reinigung mobile Phase (A: Wasser, B: Methanol) in die Lösungsmittelflasche, und schließen Sie die Säule wieder an das LC-System an ("Abb. 7.7").

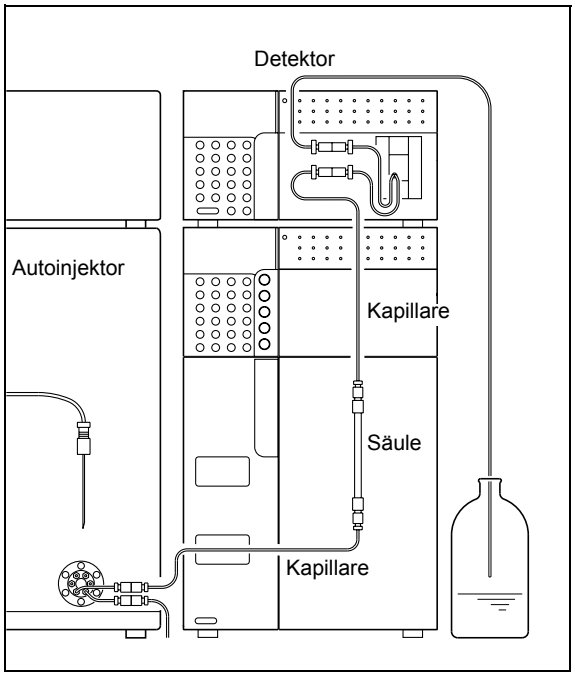
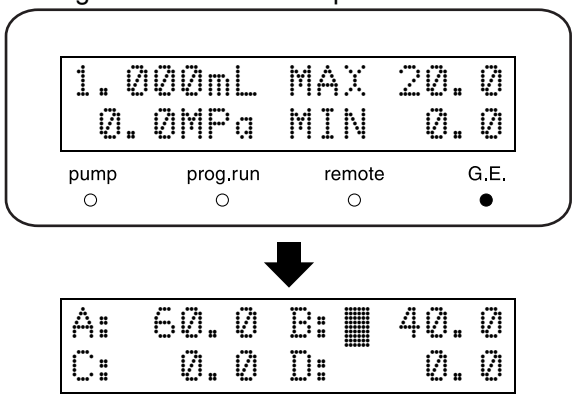


Abb. 7.7

■ Validierungsverfahren

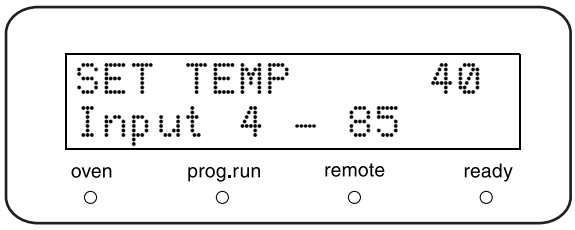
1 Stellen Sie die Förderrate der Pumpe auf 1 ml/min, und stellen Sie die Konzentration der mobilen Phase B auf 40 %.
Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch der Pumpe.

Anzeigebildschirm der Pumpe



2 Stellen Sie die Säulenofentemperatur auf 40 °C.
Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Säulenofens.

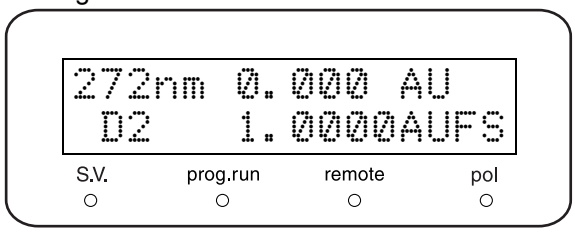
Anzeigebildschirm des Säulenofens



3 Drücken Sie auf dem Tastenfeld der Pumpe die Taste **pump** und auf dem Tastenfeld des Säulenofens die Taste **oven**. Der Pumpvorgang und die Temperaturregelung werden gestartet.
Überprüfen Sie, dass Flüssigkeit durch die Austrittsleitung des Detektors fließt und keine Lecks in den Verbindungen bestehen.

4 Stellen Sie die Detektorparameter ein.
☞ "Parametereinstellungen für die Validierung eines Gradientensystems" S. 7-31
Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Detektors.

Anzeigebildschirm des Detektors



5 Stellen Sie die Autoinjektor-Parameter ein.
☞ "Parametereinstellungen für die Validierung eines Gradientensystems" S. 7-31
Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Autoinjektors.

6 Stellen Sie die Parameter des Datenprozessors ein.
☞ "Parametereinstellungen für die Validierung eines Gradientensystems" S. 7-31
Beachten Sie hierzu den entsprechenden Abschnitt im Handbuch des Datenprozessors.

7 Überwachen Sie die Basislinie.
Wenn sich die Basislinie stabilisiert hat, drücken Sie die Taste **zero** am Detektor. Injizieren Sie dann 10 µl der mobilen Phase, und stellen Sie sicher, dass beim zweiten Mal keine Peaks zu beobachten sind.

8 Injizieren Sie sechsmal 10 µl der Test-Standards, und analysieren Sie die ermittelten Daten.

9 Ermitteln Sie aus den Peakdaten der sechs Analysen die relative Standardabweichung (Variationskoeffizient (C.V.)) für Retentionszeit und Peakfläche ("Abb. 7.8").

$$RSD(C.V.)=(SD/\overline{X}) \times 100$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}(Xi-\overline{X})^2}{n-1}}$$

$\overline{X} = (X1 + X2 \bullet\bullet\bullet\bullet Xn - 1 + Xn)/n$

n	:	Anzahl der Analysen
$X1 \bullet\bullet Xn$	:	Retentionszeit (oder Bereiche) der einzelnen Peaks
$\overline{X}$	:	Mittelwert
SD	:	Standardabweichung
RSD	:	Relative Standardabweichung
$C.V.$	:	Variationskoeffizient

Abb. 7.8

■ Parametereinstellungen für die Validierung eines Gradientensystems

Im Folgenden finden Sie eine Aufstellung der bei der Validierung eines Gradientensystems zu verwendenden Parameter für verschiedene Geräte.

• Pumpe	Förderrate	: 1 ml/min
	B.CONC	: 40 %
	P.Max	: 20,0 MPa
• Säulenofen	Ofentemperatur	: 40 °C
• Zeitprogramm	5,00 STOP	
• Autoinjektor.....	RINSE VOLUME	: 200 µl
	RINSE SPEED	: 35 µl/s
	SAMPLING SPEED	: 15 µl/s
	RINSE MODE	: 0 (Keine Nadelspülung)
• Detektor	Wellenlänge	: 272 nm
	AUX RNG	: 2 (1 AU/V)
	RESPONSE	: 3 (0,5 s) Für SPD-M20A, müssen Response (Zeitkonstante) und Probenrate auf 640 ms eingestellt werden.
• Datenprozessor	WIDTH	: 5
	DRIFT	: 0
	T.DBL	: 1.000
	ATTEN	: 10 (1.024 mAUFS)
	SLOPE	: 1.000
	MIN.AREA	: 100.000
	STOP.TM	: 5

AKZEPTANZKRITERIEN
Die ermittelte relative Standardabweichung (Variationskoeffizient) muss den folgenden Kriterien genügen:
RSD der Retentionszeit darf 0,5 % nicht überschreiten.
RSD der Peakfläche darf 1,0 % nicht überschreiten.

7.7 Wenn die Validierung fehlschlägt

Wenn das System nicht sämtliche Kriterien für die Validierung des Systems erfüllt, oder eine Komponente ein Kriterium der Validierung der Komponenten nicht erfüllt, gehen Sie folgendermaßen vor.

- **Prüfen Sie, ob die Haltbarkeitsdauer der Verbrauchsmaterialien abgelaufen ist:**
  Der Grund für das Nichterfüllen der Akzeptanzkriterien kann in überalterten Verbrauchsmaterialien liegen. Prüfen Sie die Verbrauchsmaterialien, und ersetzen Sie diese bei Bedarf.

- **Nutzen Sie die Anleitungen zur Fehlerbehebung:**
  Das Versagen kann auf geringfügige Probleme (wie z. B. Luftblasen) zurückzuführen sein. Prüfen Sie das System auf derartige Störungen, und eliminieren Sie diese gegebenenfalls. Hinweise zur Fehlerbehebung der einzelnen Systemkomponenten finden Sie in den jeweiligen Handbüchern.

- **Wenn sich die Ursache nicht bestimmen lässt, wenden Sie sich an Ihren Shimadzu-Vertreter:**
  Wenn sich die Ursache für den Fehler nicht ermitteln lässt oder Sie im Zweifel über die anzuwendenden Maßnahmen sind, wenden Sie sich an Ihre Shimadzu-Vertretung.

8

Wartungsarbeiten

Inhalt

8.1 Periodische Inspektion und Wartung 8-2
8.2 Reinigung der Flusszelle 8-4
8.3 Zerlegung, Reinigung und Zusammenbau der Flusszelle 8-8
8.4 Ersetzen der Lampen 8-11
8.5 Einstellung der Belichtungszeit 8-17
8.6 Wellenlängenkalibration 8-18
8.7 Ersetzen von Sicherungen 8-19
8.8 Äußere Reinigung des Gerätes 8-20

8.1 Periodische Inspektion und Wartung

Zur Gewährleistung des sicheren Betriebs des Gerätes sind in regelmäßigen Abständen Inspektionen erforderlich. Diese regelmäßigen Inspektionen können im Rahmen eines Service-Vertrages vom Shimadzu-Kundendienst ausgeführt werden.
Auskunft über diesen Service-Vertrag erteilt Ihnen Ihre Shimadzu-Vertretung.

⚠ WARNUNG

- Sofern hier nicht anders angegeben, ist das Gerät vor allen Inspektions- und Wartungsarbeiten auszuschalten und der Netzstecker zu ziehen. Nichtbeachtung kann zu Feuer, elektrischem Schlag oder Funktionsstörungen führen.

⚠ VORSICHT

- Beim Austauschen von Komponenten dürfen nur die in "1.3 Komponenten" und "9.3 Wartungsteile" aufgeführten Ersatzteile verwendet werden.
  Die Verwendung anderer Teile kann zu Verletzungen oder Funktionsstörungen führen.
- Entfernen Sie nie die Hauptabdeckung des Gerätes, da hierdurch das Risiko von Verletzungen und Funktionsstörungen besteht.
  Wenden Sie sich zum Entfernen der Hauptabdeckung an Ihre Shimadzu-Vertretung.

8.1.1 Vor Inspektion oder Wartungsarbeiten

- Ersetzen Sie die mobile Phase in den Flusslinien durch Wasser.
- Wischen Sie allen Schmutz von der Frontseite und der Hauptabdeckung ab.
- Wischen Sie mit Zellstoff oder einem mit Wasser befeuchteten weichen Tuch allen Schmutz vom Tastenfeld ab.

☞ "8.8 Äußere Reinigung des Gerätes" S. 8-20

8.1.2 Aufstellung der regelmäßig auszuführenden Inspektions- und Wartungsarbeiten

⚠ VORSICHT

Die in dieser Tabelle aufgeführten Austausch- und Wartungsfristen sind lediglich als Anhaltspunkte zu verstehen. Sie stellen keine Garantiefristen dar. Diese variieren je nach den Nutzungsbedingungen.

Inspektion/Wartungsaktivität	1 Jahr	2 Jahre	3 Jahre	Anmerkung	Seite
Ersetzen der Zelldichtung	×			Ersetzen, wenn Flusszelle zerlegt wird.	S.8-7
Zerlegen, Reinigen und Inspektion (Auswechseln) der Flusszelle		×			S.8-7
Austausch der D2-Lampe		×		Alle 2000 Stunden Gesamtbetriebszeit auswechseln.	S.8-12
Austausch der W-Lampe		×		Alle 2000 Stunden Gesamtbetriebszeit auswechseln.	S.8-14
Sicherung ersetzen			×		S.8-19

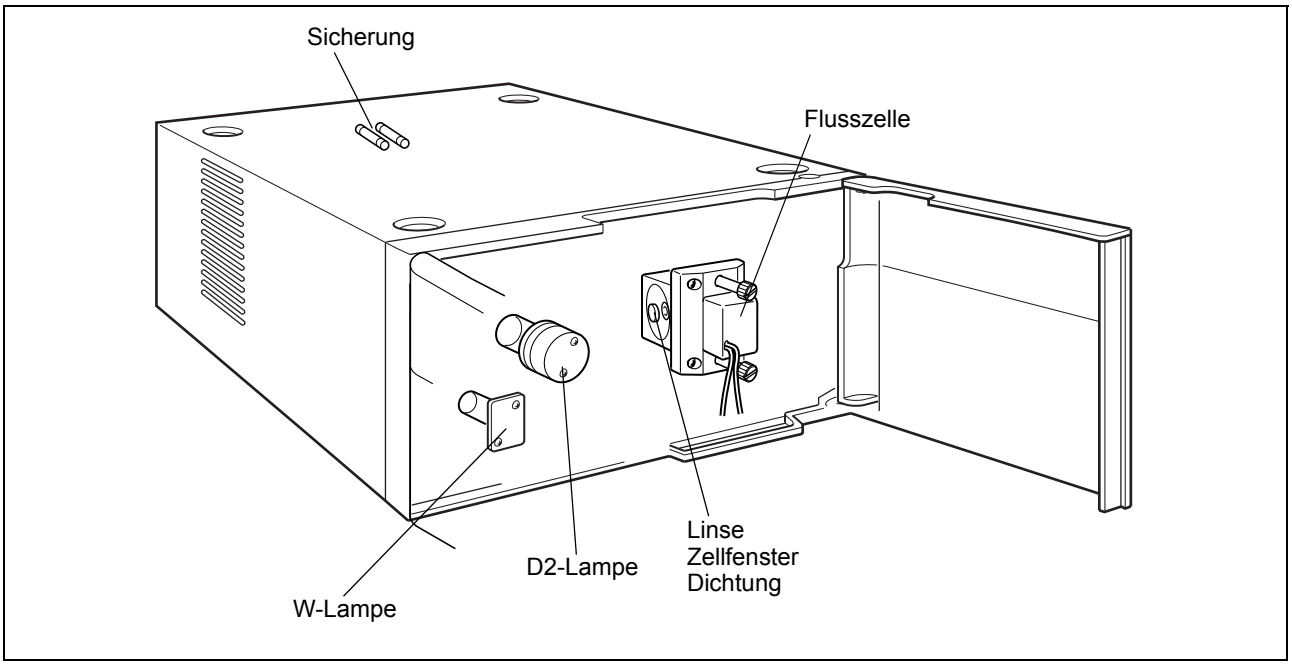


Abb. 8.1

8.1.3 Überprüfung nach Inspektions- und Wartungsverfahren

Prüfen Sie nach Inspektions- und Wartungsarbeiten, dass während des Pumpvorgangs keine Leckagen auftreten.

☞ "6.1 Fehlersuche und -behebung" S. 6-2

8.2 Reinigung der Flusszelle

Wenn die Linse mit einer Spritze nicht gründlich gereinigt werden kann, zerlegen Sie die Flusszelle, reinigen Sie oder ersetzen Sie diese.

Erforderliche Komponenten

Teil	Typ	Teile-Nr.	Erforderliche Menge
Dichtung	Verbrauchsmaterial	228-35097-03	2
Linse	Verbrauchsmaterial	228-14572	1
Zellenfenster	Verbrauchsmaterial	228-18058	1
Befestigungsschraube der Linse	Ersatzteil	228-40239-91	2

8.2.1 Entfernen der Flusszelle

1 Entfernen Sie die Frontabdeckung.

2 Lösen Sie die Befestigungsschraube des Verbindungsstücks und entfernen Sie dieses.

3 Ziehen Sie den Anschluss der temperaturgesteuerten Flusszelle ab.

4 Lösen Sie die beiden Zellenbefestigungsschrauben und entfernen Sie die Zelle.

5 Lassen Sie die Flusslinienverbindungen angeschlossen, und pumpen Sie mobile Phase durch die Flusslinien.

6 Beobachten Sie, während die mobile Phase durch die Flusslinien fließt, durch das Zellenfenster das Innere der Zelle. Achten Sie auf das Vorhandensein von Luftblasen oder Verschmutzungen.
Sollte dies der Fall sein, reinigen Sie die Flusszelle.
☞ "8.2.2 Einfache Reinigung" S. 8-5

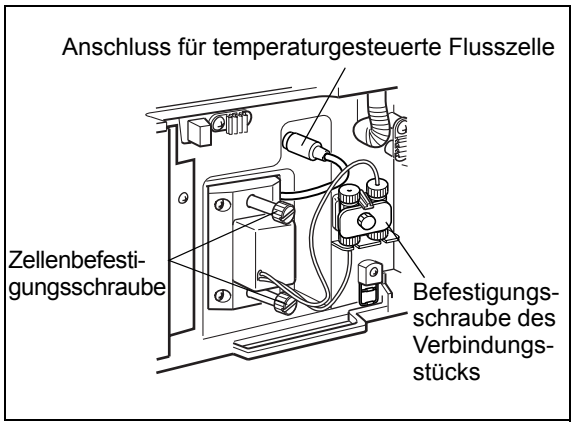


Abb. 8.2

8.2.2 Einfache Reinigung

Wird die Zelllinse verschmutzt, spülen Sie die Zelle mit einer Spritze mit Lösungsmittel (2-Propanol usw.), um die Linse zu reinigen.
Wird der Schmutz entfernt, spülen Sie die Zelle noch einmal mit 2-Propanol oder der in der Analyse verwendeten mobilen Phase.

Erforderliche Komponenten

Teil	Typ	Teile-Nr.
Spritze	Standardzubehör	046-00001
Spritzenadapter	Standardzubehör	228-15672-91

⚠ Vorsicht

- Wird ein wässriges Lösungsmittel (insbesondere ein Lösungsmittel, das Puffersalze enthält) als mobile Phase verwendet, ersetzen Sie das Lösungsmittel in der Zelle mit Wasser, bevor Sie mit 2-Propanol spülen. Wenn ein organisches Lösungsmittel mit einer Pufferlösung vermischt wird, bilden sich Kristalle, die die Leitungen verstopfen können.

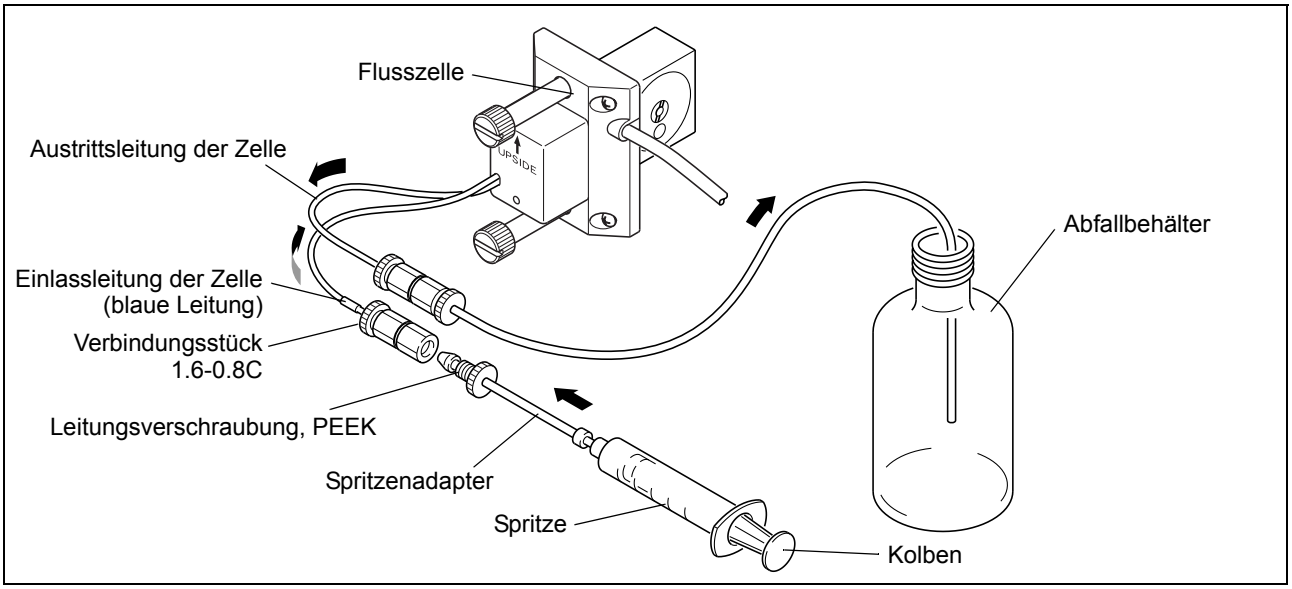


Abb. 8.3

1 Setzen Sie den Spritzenadapter auf die Spitze der Spritze, und drehen Sie ihn im Uhrzeigersinn, bis er fest mit der Spritze verbunden ist.

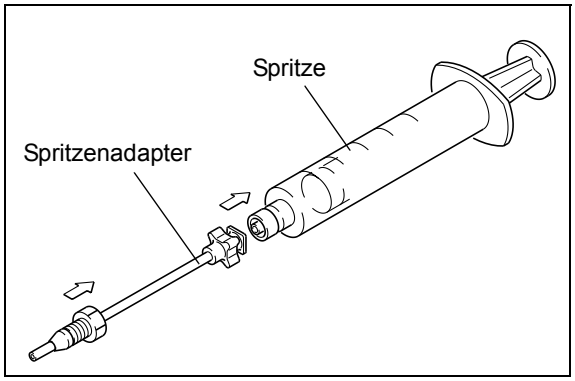


Abb. 8.4

2 Drehen Sie die PEEK Leitungsverschraubung heraus, und entfernen Sie sie vom Verbindungsstück 1.6-0.8C am Ende der Zelleneinlassleitung (blau).

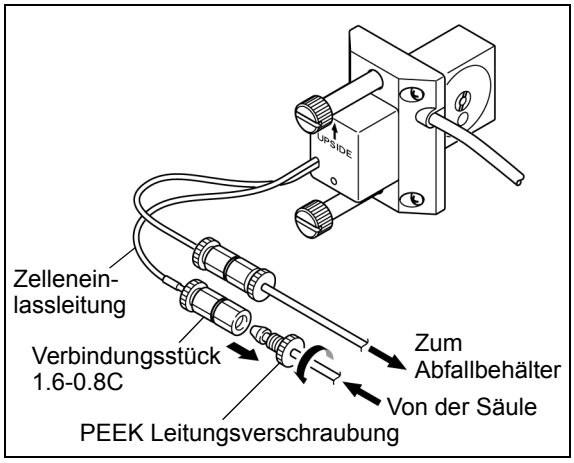


Abb. 8.5

3 Setzen Sie das Ende des Spritzenadapters mit der Leitungsverschraubung 1.6MN auf das Verbindungsstück 1.6-0.8C, und drehen Sie die Leitungsverschraubung hinein.

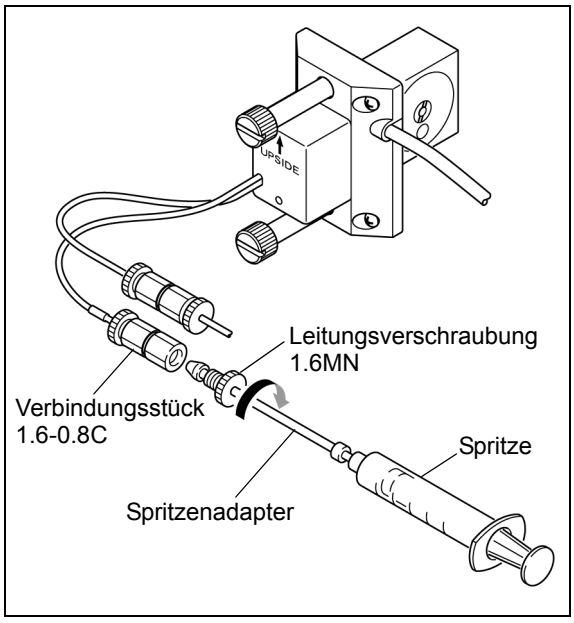


Abb. 8.6

4 Füllen Sie die Spritze mit 2-Propanol, und schieben Sie den Kolben langsam hinein.
Der Alkohol wird in das Zelleninnere injiziert und reinigt die Zelle.

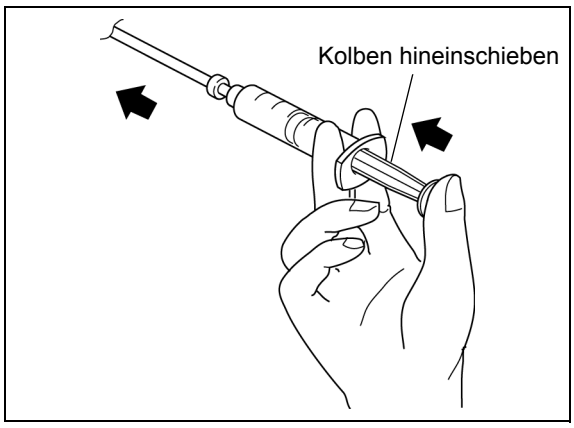


Abb. 8.7

8.2.3 Wiedereinbau der Flusszelle

1 Richten Sie die Zelle so aus, dass der darauf angebrachte Pfeil nach oben zeigt. Richten Sie dann die Stiftöffnungen in der Zelle auf die Positionierungsstifte am Detektor aus, schieben Sie die Zelle auf die Stifte, und drücken Sie sie bis zur Endposition in Richtung Detektor.

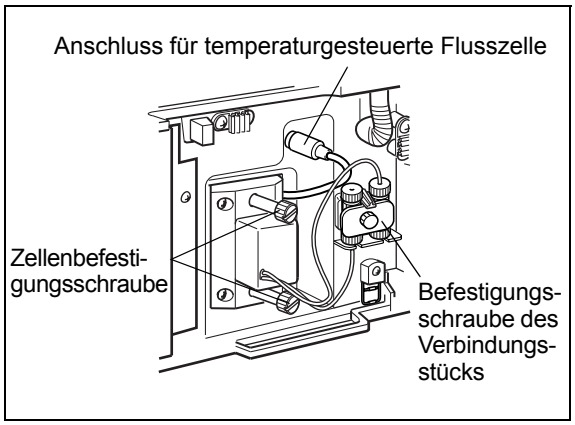


Abb. 8.8

2 Drehen Sie die zwei Zellbefestigungsschrauben abwechselnd fest.

3 Stecken Sie das Anschlussteil der temperaturgesteuerten Flusszelle in den Detektor.

4 Befestigen Sie das Verbindungsstück 1.6-0.8C mit der Verbindungsstückschraube am Detektor.

5 Verbinden Sie die Leitung von der Säule mit der Zelleinlassleitung (blaue Leitung) und das Austrittsrohr der Zelle mit der Leitung zum Abfallbehälter.

HINWEIS

Achten Sie darauf, dass dabei keine Luftblasen in die Flusslinien eindringen.

6 Setzen Sie die Frontabdeckung wieder auf.

8.3 Zerlegung, Reinigung und Zusammenbau der Flusszelle

Erforderliche Komponenten

Teil	Typ	Teile-Nr.
Zelldichtungen	Verbrauchsmaterial	228-35097-03
Linse	Verbrauchsmaterial	228-14572
Zellenfenster	Verbrauchsmaterial	228-18058

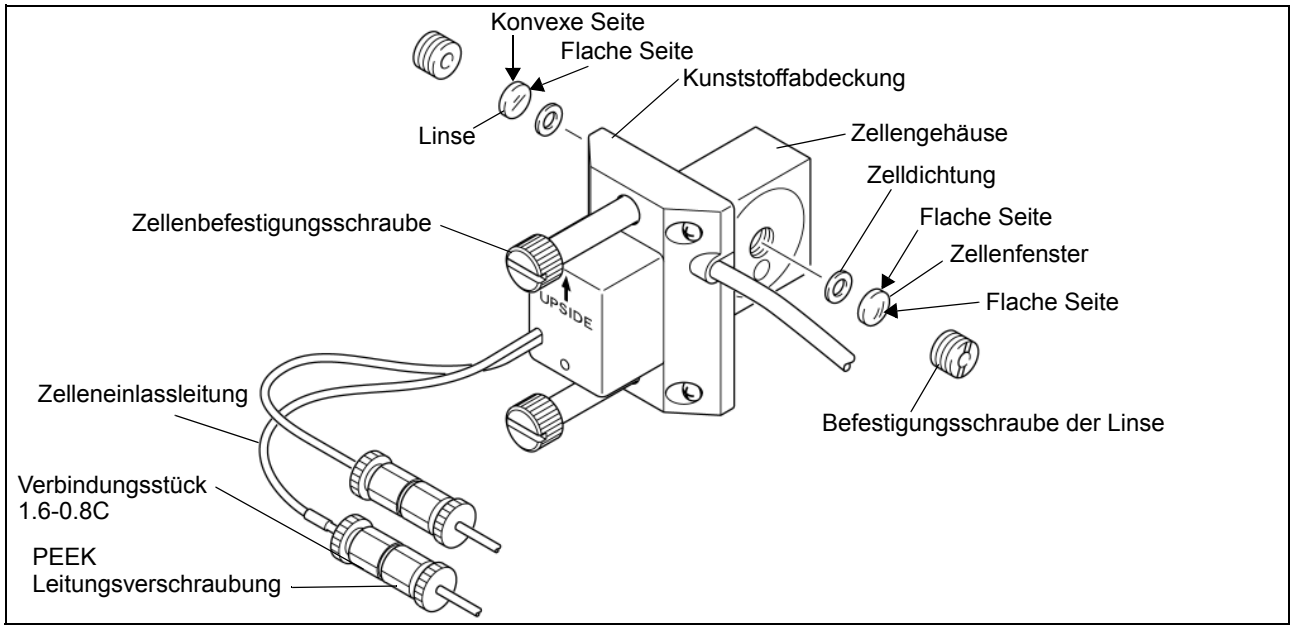


Abb. 8.9

1 Öffnen Sie die Frontabdeckung.

2 Drehen Sie die PEEK Leitungsverschraubung heraus, und entfernen Sie sie vom Verbindungsstück 1.6-0.8C am Ende der Zelleneinlassleitung (blau).

3 Entfernen Sie das Flusszellenanschlussteil und das Verbindungsstück 1.6-0.8C, drehen Sie die Zellbefestigungsschrauben (1 oben und 1 unten) heraus, und nehmen Sie die Flusszelle aus dem Gerät.

HINWEIS

Entfernen Sie nicht die Kunststoffabdeckung von der Flusszelle.

4 Drehen Sie die Zellenfensterschrauben auf beiden Seiten der Zelle vollständig heraus.

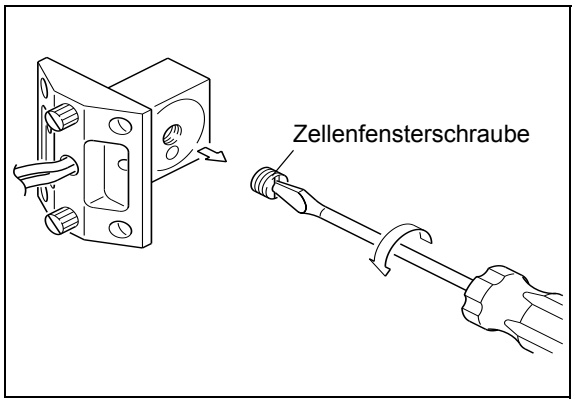


Abb. 8.10

5 Entfernen Sie mit einem Zahnstocher oder einem ähnlichen Gegenstand die Linse, das Zellenfenster und die Dichtung auf beiden Seiten der Zelle.

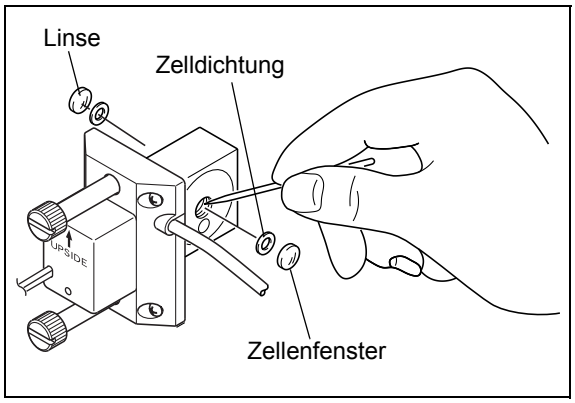


Abb. 8.11

6 Reinigen Sie die Linse und das Zellenfenster 5 Minuten lang in einem 2-Propanol-Ultraschallbad. Besteht die Verschmutzung weiterhin, ersetzen Sie die Komponenten durch neue.

HINWEIS

- Reinigen Sie die inneren Oberflächen des Zellengehäuses mit sauberem, mit 2-Propanol befeuchtetem Mull.
- Ersetzen Sie die Zelldichtungen bei jedem Zerlegen der Flusszelle.
- Reinigen Sie die neuen Dichtungen vor der Verwendung von Staub.

7 Bauen Sie die neuen Zelldichtungen, Linse und die Manschette in dieser Reihenfolge ein, und ziehen Sie die Zellenfensterschrauben fest.

HINWEIS

- Bauen Sie die Linse so ein, dass ihre konvexen Seiten nach außen zeigen.
  Andernfalls werden sie beschädigt.
- Bauen Sie die Linse und das Zellenfenster nicht umgekehrt ein, weil sonst die Leistung des Detektors erheblich beeinträchtigt werden könnte.

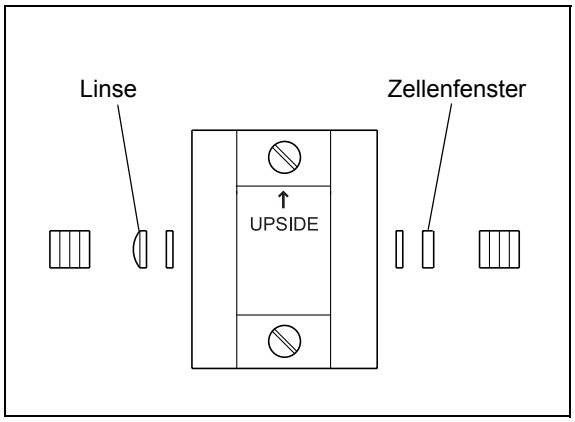


Abb. 8.12

■ Prüfung nach dem Zusammenbau

Bevor Sie die Flusszelle wieder in das Gerät einbauen, lassen Sie mobile Phase durch die Zelle und die Zellen-Einlassleitung fließen, und prüfen Sie, ob Lecks vorhanden sind.

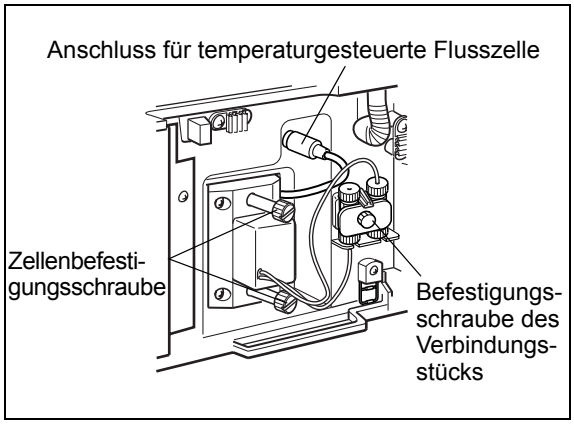


Abb. 8.13

1 Richten Sie die Zelle so aus, dass der darauf angebrachte Pfeil nach oben zeigt. Richten Sie dann die Stiftöffnungen in der Zelle auf die Positionierungsstifte am Detektor aus, schieben Sie die Zelle auf die Stifte, und drücken Sie sie bis zur Endposition in Richtung Detektor.

2 Drehen Sie die zwei Zellbefestigungsschrauben abwechselnd fest.

3 Befestigen Sie das Verbindungsstück 1.6-0.8C mit der Verbindungsstückschraube am Detektor.

4 Stecken Sie das Anschlussteil der temperaturgesteuerten Flusszelle in den Detektor.

5 Schrauben Sie die in Schritt 2 entfernte PEEK Leitungsverschraubung in das Verbindungsstück 1.6-0.8C der Zellen-Einlassleitung.

6 Schließen Sie die Frontabdeckung.

8.4 Ersetzen der Lampen

Die Lampenenergie beginnt abzunehmen und das Basislinienrauschen nimmt zu. Wenn die erwartete Lebensdauer einer Lampe erreicht wird (in der folgenden Richtlinie aufgeführt), ersetzen Sie die jeweilige Lampe durch eine neue.

■ Nennlebensdauer einer Lampe

D2-Lampe : Ca. 2.000 Stunden
W-Lampe : Ca. 2.000 Stunden*

* Garantierte Lebensdauer der W-Lampe
Die Nennlebensdauer der W-Lampe ist die auf den Lebensdauerangaben mehrerer Lampen von verschiedenen Lampenherstellern basierte durchschnittliche Lebensdauer. Diese Lampen können auch vor Erreichen der Nennlebensdauer von 2.000 Stunden ausgebrannt sein.
Die garantierte Lebensdauer der W-Lampe beträgt 1.200 Stunden. Wenn die W-Lampe in weniger als 1.200 Stunden ausgebrannt ist, wird sie kostenlos ersetzt.
Die garantierte Lebensdauer der D2-Lampe ist mit der Nennlebensdauer, 2.000 Stunden, identisch.

⚠ WARNUNG

- Schalten Sie vor dem Austauschen einer Lampe den Detektor-Netzschalter aus, und ziehen Sie den Stecker heraus. Nichtbeachtung kann zu Feuer, elektrischem Schlag oder Funktionsstörungen führen.
- Das Lampengehäuse ist direkt nach Ausschalten der Lampe äußerst heiß. Lassen Sie das Gerät genug abkühlen, bevor Sie die Lampe ersetzen.

⚠ VORSICHT

- Achten Sie beim Auswechseln einer Lampe darauf, dass Sie den Glasteil nicht direkt mit den Fingern berühren. Wenn Sie die Lampe halten, greifen Sie sie am Metallflansch.
- Wird die Lampe verschmutzt, wischen Sie sie mit einem mit Ethanol befeuchteten Linsenreiniger sauber.
- Wird die Lampenabdeckung abgenommen, ohne dass die Lampe ausgeschaltet wird, erlischt die Lampe automatisch.
- Die Lampe kann nicht eingeschaltet werden, so lange die Lampenabdeckung abgenommen ist. Bringen Sie die Lampenabdeckung an, bevor Sie die Lampe einschalten.
- Achten Sie darauf, dass die Lampe nicht beschädigt wird.
- Setzen Sie die Lampe keinen Stößen oder Vibrationen aus.

8.4.1 Auswechseln der D2-Lampe

Erforderliche Komponenten

Teil	Typ	Teile-Nr.
D2-Lampe	Verbrauchsmaterial	228-34016

1 Schalten Sie das Gerät aus und ziehen Sie das Netzkabel ab.

2 Öffnen Sie die Front- und die linke Abdeckung.

3 Entfernen Sie die beiden Befestigungsschrauben an der Lampenabdeckung und nehmen Sie die Lampenabdeckung ab.

4 Trennen Sie das Anschlussteil ab.

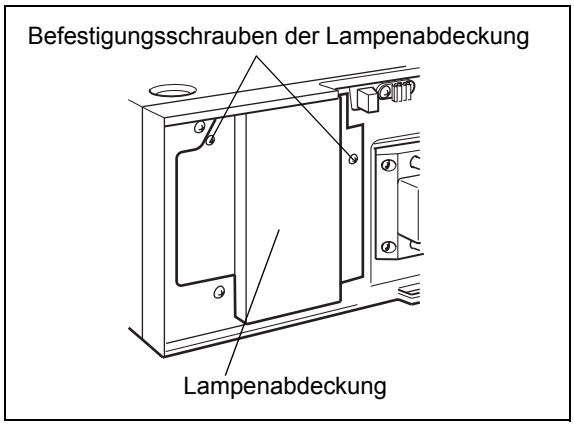


Abb. 8.14

5 Lösen Sie die beiden Befestigungsschrauben der D2-Lampe und ziehen Sie die Lampe mit der Lampenkappe aus dem Gerät.

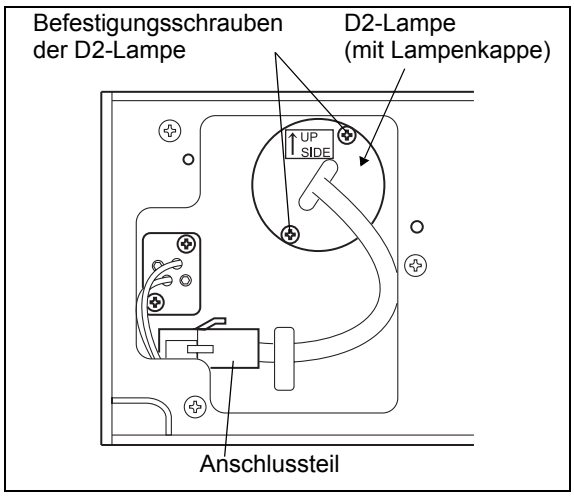


Abb. 8.15

6 Entfernen Sie die D2-Lampe von Hand vorsichtig aus der Lampenkappe und installieren Sie stattdessen eine neue Lampe.
Wenn die Lampenkappe installiert wird, muss sie in der korrekten Richtung eingebaut werden.
Achten Sie auf den Indikatorstift und das Etikett.

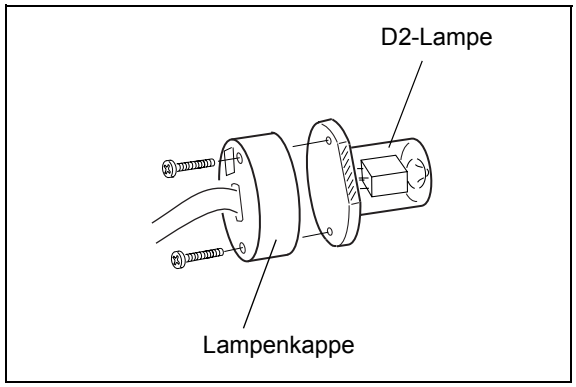


Abb. 8.16

⚠ VORSICHT

- Achten Sie beim Auswechseln einer Lampe darauf, dass Sie den Glasteil nicht direkt mit den Fingern berühren. Wenn Sie die Lampe halten, greifen Sie sie am Metallflansch.
- Wird die Lampe verschmutzt, wischen Sie sie mit einem mit Ethanol befeuchteten Linsenreiniger ab.
- Achten Sie darauf, dass die Lampe nicht beschädigt wird.
- Setzen Sie die Lampe keinen Stößen oder Vibrationen aus.

7 Bauen Sie die D2-Lampenbaugruppe wieder wie zuvor in das Gerät ein.

8 Wenn Sie die D2-Lampe ersetzt haben, stellen Sie die Lampenbetriebszeit auf 0 zurück und nehmen die Belichtungszeiteinstellung vor.

- Zurücksetzen der D2-Lampenbetriebszeit

☞ "8.4.3 Zurücksetzen der Lampenbetriebszeit" S. 8-16

- Einstellung der Belichtungszeit

☞ "8.5 Einstellung der Belichtungszeit" S. 8-17

8.4.2 Auswechseln der W-Lampe

Erforderliche Komponenten

Teil	Typ	Teile-Nr.
W-Lampe	Verbrauchsmaterial	228-34410
Platte W	Zubehör	228-34397

1 Schalten Sie das Gerät aus und ziehen Sie das Netzkabel ab.

2 Öffnen Sie die Front- und die linke Abdeckung.

3 Entfernen Sie die beiden Befestigungsschrauben an der Lampenabdeckung und nehmen Sie die Lampenabdeckung ab.

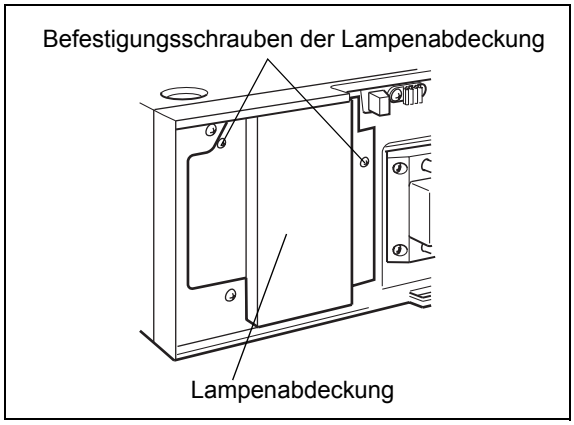


Abb. 8.17

4 Entfernen Sie die beiden Befestigungsschrauben der W-Lampe und die Platte aus dem Gerät.

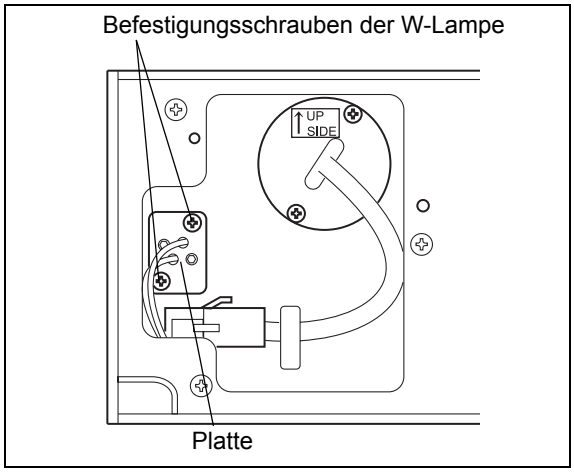


Abb. 8.18

5 Entfernen Sie die W-Lampe von der Platte und bringen Sie eine neue W-Lampe an.
Drücken Sie die Füße der W-Lampe ganz in die Sockelbasis, um sie sicher zu befestigen.
Vergewissern Sie sich, dass die Glühwendel mit der Mitte der Platte W ausgerichtet ist. Ist sie nicht korrekt ausgerichtet, bewegen Sie den Lampenkopf in der auf der Abbildung durch einen Pfeil gekennzeichneten Richtung, um die Position anzupassen.

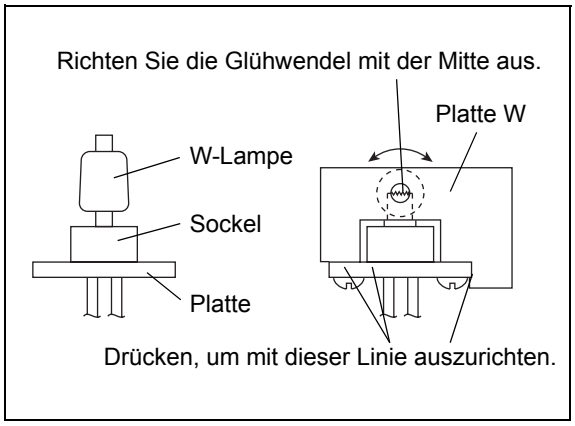


Abb. 8.19

⚠ VORSICHT

- Wickeln Sie ein sauberes Mullstück um die neue Lampe, bevor Sie sie greifen.
- Berühren Sie den Glasteil nicht direkt mit den Fingern.

6 Installieren Sie die W-Lampenbaugruppe wieder im Gerät.

7 Wenn Sie die W-Lampe ersetzt haben, stellen Sie die Lampenbetriebszeit auf 0 zurück und nehmen die Belichtungszeiteinstellung vor.

- Zurücksetzen der W-Lampenbetriebszeit

☞ "8.4.3 Zurücksetzen der Lampenbetriebszeit" S. 8-16

- Einstellung der Belichtungszeit

☞ "8.5 Einstellung der Belichtungszeit" S. 8-17

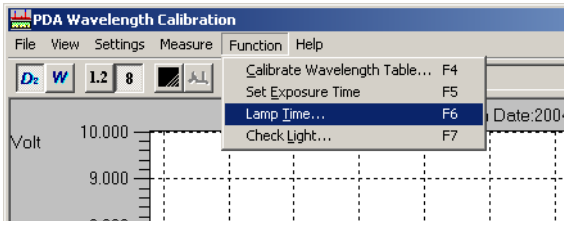
8.4.3 Zurücksetzen der Lampenbetriebszeit

Wenn die Lampe ersetzt wird, setzen Sie die Lampenbetriebszeit zurück.

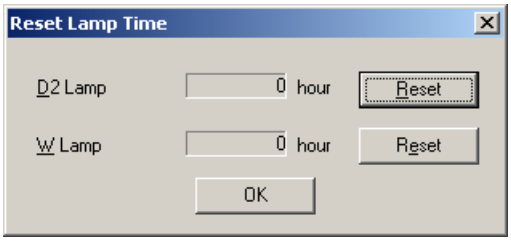
1 Starten Sie "PDA Utility".
"7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms" S. 7-7

2 Wählen Sie die Schaltfläche [Wavelength Calibration].
Das Fenster "PDA Wavelength Calibration" wird angezeigt.

3 Wählen Sie [Function] - [Lamp Time... F6].
"Reset Lamp Time" wird angezeigt.



4 Wählen Sie die Schaltfläche [Reset].
Die Lampenbetriebszeit wird zurückgesetzt.



8.5 Einstellung der Belichtungszeit

Wenn Sie eine Lampe oder Flusszelle auswechseln, stellen Sie die Belichtungszeit ein.

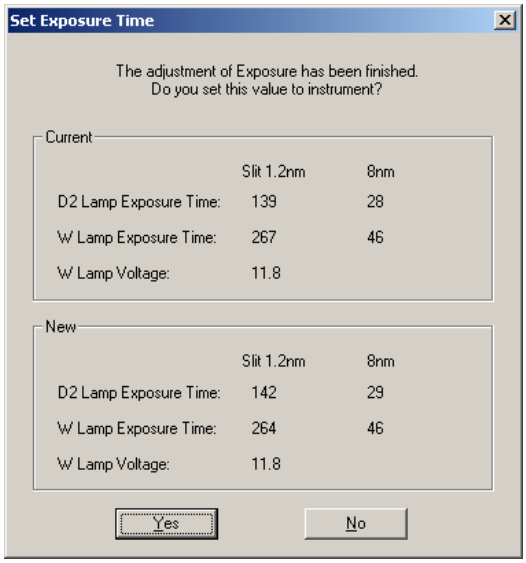
1 Spülen Sie die Flusszelle mit Wasser.
Vergewissern Sie sich visuell, dass kein Leck vorhanden ist und sich in der Flussleitung keine Blasen befinden.

> **⚠ VORSICHT**
>
> • Liegen in der Zelle Blasen vor, kann diese Einstellung nicht ordnungsgemäß vorgenommen werden.

2 Wählen Sie im Hauptmenü "PDA Utility".
☞ "7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms" S. 7-7

3 Wählen Sie die Schaltfläche [Wavelength Calibration].
Der Bildschirm "PDA wavelength calibration" wird angezeigt.

4 Wählen Sie die Schaltfläche [Exposure Time].
Die Belichtungszeit wird eingestellt und der eingestellte Wert angezeigt.



5 Bestätigen Sie den eingestellten Wert und wählen Sie [Yes].

6 Führen Sie die Prüfung der Lampenintensität durch.
☞ "7.5.7 Prüfung der Lampenintensität" S. 7-14

8.6 Wellenlängenkalibration

Erfüllt das Ergebnis der Prüfung der Wellenlängengenauigkeit nicht die Spezifikationen und wurde bestätigt, dass das Lichtquellenspektrum keine Abnormalitäten aufweist, führen Sie das Verfahren zur Wellenlängenkalibration durch. Die Wellenlängenkalibration umfasst das Bestimmen der Wellenlänge des Lichts, das jedes einzelne lichtempfangende Element im Fotodioden-Arraydetektor erreicht. Licht einer Standardwellenlänge wird von jedem der Elemente gemessen und es wird eine Beziehungsformel zwischen Elementnummer und Wellenlänge erstellt und gespeichert.
Das Ergebnis der Wellenlängenkalibration wird in der Detektoreinheit gespeichert und der PC generiert die Beziehungsformel anhand dieses Ergebnisses. Daher muss die Wellenlängenkalibration nur durchgeführt werden, wenn die Lichtachse sich aufgrund einer Justage des optischen Systems ändert oder die gespeicherten Daten verloren gehen.

1 Vergewissern Sie sich visuell, dass kein Leck vorhanden ist und sich in der Flussleitung keine Blasen befinden.

> **⚠ VORSICHT**
>
> • Liegen in der Zelle Blasen vor, kann diese Einstellung nicht ordnungsgemäß vorgenommen werden.

2 Wählen Sie im Hauptmenü "PDA Utility".
☞ "7.5.2 Starten des PDA-Dienstprogramms" S. 7-7

3 Wählen Sie die Schaltfläche [Wavelength Calibration].
Der Bildschirm "PDA wavelength calibration" wird angezeigt.

4 Wählen Sie die Schaltfläche [Calibrate].
Die Wellenlängenkalibration wird durchgeführt.

5 Nach Abschluss der Kalibration führen Sie die "Prüfung der Wellenlängengenauigkeit" mit "D2/Ho" durch, um zu gewährleisten, dass die Wellenlängengenauigkeit die Spezifikationen erfüllt.
Beurteilungskriterium: Innerhalb von ±1 nm
☞ "7.5.6 Prüfung der Wellenlängengenauigkeit" S. 7-11

D2/Ho-Prüfung der Wellenlängengenauigkeit	Tatsächliche Wellenlänge	Gemessener Wert	Toleranzwert	Kriterien
D2-Lampe	486,0 nm	486,1 nm	+0,1 nm	OK
	656,1 nm	656,1 nm	0,0 nm	OK
Holmiumoxidfilter	287,6 nm	287,5 nm	-0,1 nm	OK
	360,8 nm	360,8 nm	0,0 nm	OK

8.7 Ersetzen von Sicherungen

⚠ WARNUNG

- Schalten Sie das Gerät aus und ziehen Sie das Netzkabel ab, bevor Sie eine Sicherung ersetzen.
- Verwenden Sie nur die spezifizierten Sicherungen.
  Wird dieser Sicherheitshinweis nicht befolgt, kann es zu Bränden, statischen Entladungen und Kurzschlüssen kommen.

Erforderliche Komponenten

Teil	Typ	Teile-Nr.
Sicherung 3.15AT (5 × 20)	Ersatzteil	072-02004-21

1 Schalten Sie das Gerät aus.

2 Tennen Sie das Netzkabel ab.

3 Öffnen Sie die Sicherungshalter-Abdeckung mit einem Flachschraubenzieher.

4 Entfernen Sie die beiden Sicherungshalter.

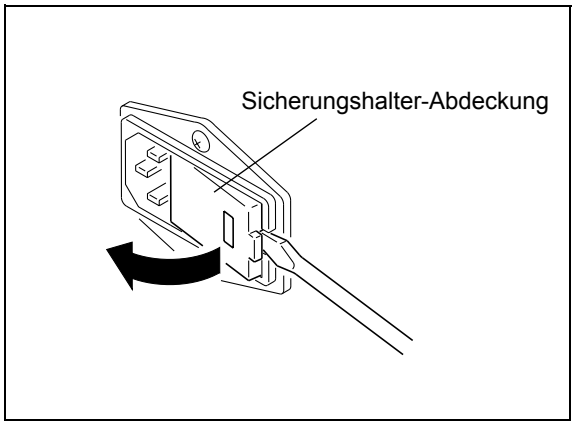


Abb. 8.20.

5 Nehmen Sie die Sicherung aus dem Halter und bringen Sie eine neue Sicherung an.

6 Bringen Sie den Sicherungshalter wieder in die Ausgangsposition und drücken Sie auf die Abdeckung, bis Sie hören, dass die Baugruppe einrastet.
Der Sicherungshalter wird so installiert, dass die Pfeilmarkierung nach unten zeigt.

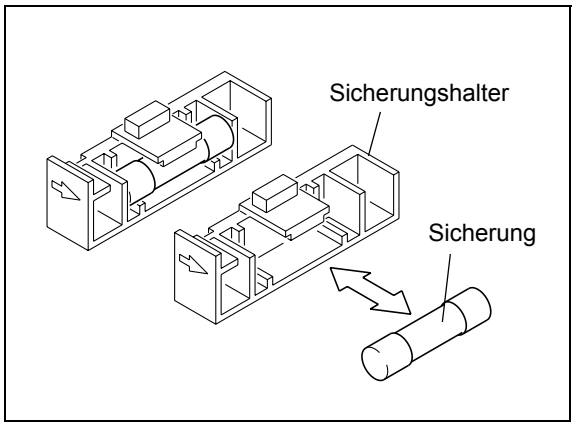


Abb. 8.21

8.8 Äußere Reinigung des Gerätes

Wenn die Geräteabdeckung oder die Vorderseite verschmutzt, wischen Sie diese mit einem trockenen Tuch oder einem Stück Zellstoff ab.
Bei hartnäckigen Verschmutzungen gehen Sie folgendermaßen vor:

1 Tauchen Sie ein Stück Tuch in verdünnten Neutralreiniger und wringen Sie es kräftig aus. Reiben Sie mit diesem Tuch die verschmutzte Fläche an der äußeren Oberfläche des Gerätes ab.

2 Tauchen Sie ein Stück Tuch in Wasser und wringen Sie es kräftig aus. Wischen Sie mit diesem Tuch alle Reinigerreste ab. Entfernen Sie mit einem trockenen Tuch alle Feuchtigkeit von der äußeren Oberfläche des Gerätes.

HINWEIS

Achten Sie darauf, dass kein Wasser auf der Oberfläche des Gerätes zurückbleibt, und verwenden Sie keine alkohol- oder lösungsmittelhaltigen Reinigungmittel. Diese können Rost und Verfärbung der Oberfläche verursachen.

9

Technische Informationen

Inhalt

9.1 Aufstellung 9-2
9.2 Spezifikationen 9-23
9.3 Wartungsteile 9-25
9.4 Einführung in das HPLC-System 9-27
9.5 Eigenschaften mobiler Phasen 9-30

9.1 Aufstellung

9.1.1 Aufstellungsort

■ Auswahl und Vorbereitung des geeigneten Aufstellungsortes

Stellen Sie das Gerät zur Gewährleistung eines sicheren Betriebes an einem Ort auf, der den folgenden Bedingungen entspricht:

⚠ WARNUNG

- **Gute Belüftung**
  In HPLC-Systemen werden häufig feuergefährliche und giftige Lösungsmittel verwendet.
  Daher muss das Gerät in einem gut belüfteten Raum aufgestellt werden.
- **Keine Zündquellen in der Nähe des Gerätes**
  In HPLC-Systemen werden häufig feuergefährliche Lösungsmittel verwendet. Daher ist der Gebrauch von offenem Feuer in der Nähe des Gerätes streng zu verbieten. Das Gerät darf nicht gemeinsam mit anderen Geräten in einem Raum aufgestellt werden, bei deren Betrieb es zur Funkenbildung kommen kann.
- **Ständige Verfügbarkeit von Feuerlöschern**
  Für den Fall eines Brandes müssen ständig Feuerlöscher verfügbar sein.
- **Schutzausrüstung in der Nähe des Gerätes**
  Wenn Lösungsmittel in das Auge oder auf die Haut gelangen, ist sofort mit Wasser zu spülen.
  In der Nähe des Gerätes sind Augenspülflaschen und Sicherheitsduschen bereitzuhalten.

⚠ VORSICHT

- **Staub und korrosive Gase meiden**
  Um die Lebensdauer des Gerätes zu erhöhen und eine gleichbleibend hohe Leistung zu gewährleisten, sollten Aufstellungsorte vermieden werden, die korrodierenden Gasen oder übermäßig viel Staub ausgesetzt sind.
- **Abstand zu starken magnetischen Feldern**
  Zur Gewährleistung des ordnungsgemäßen Betriebs darf das Gerät nicht an Orten aufgestellt werden, an denen es starken magnetischen Feldern ausgesetzt ist.
  Wenn die Netzspannung hohen Schwankungen unterworfen ist, muss ein Überspannungsschutz installiert werden.
- **Zur Gewährleistung einer gleichbleibenden Leistung ist das Gerät an einem Ort aufzustellen, an dem:**
  - die Raumtemperatur zwischen 4 und 35 °C liegt und im Tagesverlauf nur geringfügigen Schwankungen unterworfen ist.
  - das Gerät nicht im Luftstrom einer Heizung oder Klimaanlage steht.
  - das Gerät nicht direkter Sonneneinstrahlung ausgesetzt ist.
  - keine Vibrationen bestehen.
  - die Luftfeuchtigkeit zwischen 20 und 85 % beträgt.
  - keine Kondensation auftritt.

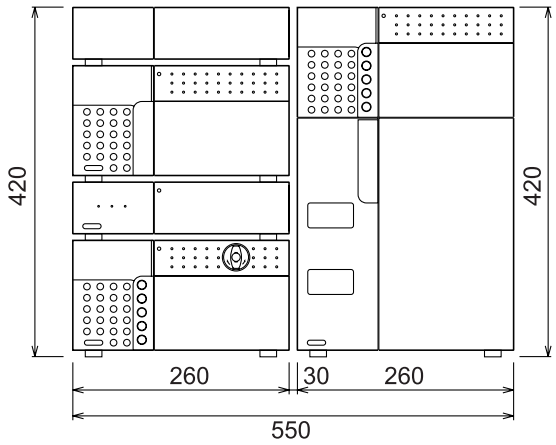
■ Erforderlicher Aufstellungsplatz

⚠ VORSICHT

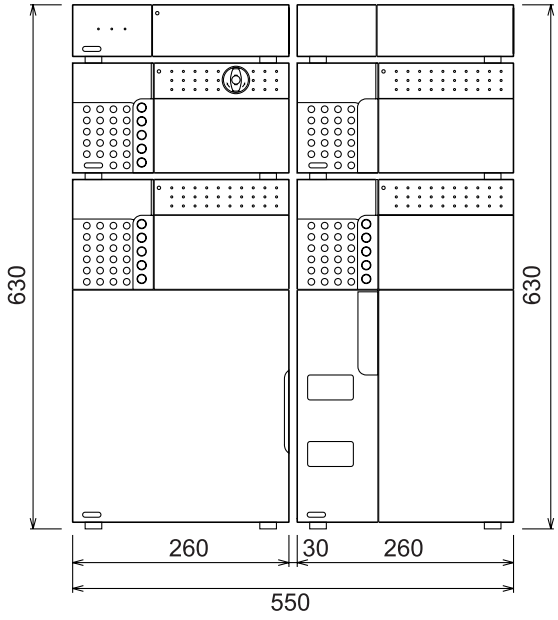
- **Das Gewicht des Gerätes beträgt 12 kg. Berücksichtigen Sie bei der Installation das Gesamtgewicht aller weiteren LC-Komponenten.**
  Der Labortisch, auf dem das Gerät aufgestellt wird, muss das Gewicht des gesamten LC-Systems tragen können. Er muss eben, stabil und mindestens 600 mm tief sein.
  Bei Nichtbeachtung dieser Sicherheitshinweise kann das Gerät kippen oder vom Tisch fallen.
- **Halten Sie mindestens 100 mm Abstand zwischen der Rückseite des Gerätes und der Wand.**
  Dies ermöglicht eine ausreichende Luftzirkulation und verhindert das Überhitzen des Gerätes.

Die folgenden Abbildungen sind Darstellungen typischer Systemkonfigurationen und der jeweils erforderlichen Abstände.

●System 1 (mit manuellem Injektor)



●System 2 (mit Autoinjektor)



(Einheit: mm)

Abb. 9.1

9

9.1.2 Aufstellung

■ Entfernen Sie die Transportsicherungen

Zur Verhinderungen von Beschädigungen beim Transport ist das Gerät mit Transportsicherungen gesichert. Entfernen Sie diese Schrauben vor der Aufstellung.

HINWEIS

Wenn das Gerät verwendet wird, ohne dass die Transportsicherungen entfernt wurden, entstehen Vibrationsgeräusche.

1 Lösen und entfernen Sie die Transportsicherungen (mit Unterlegscheibe).
☞ "2.3 Bodenplatte" S. 2-4

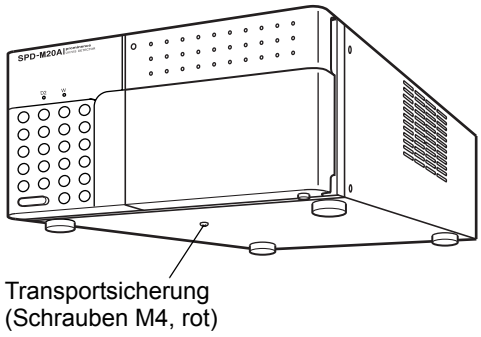


Abb. 9.2

■ Aufstellung

Das Gerät kann mit anderen HPLC-Komponenten von Shimadzu gestapelt werden.
☞ "9.4 Einführung in das HPLC-System" S. 9-27

HINWEIS

Um eine höchst empfindliche und äußerst genaue Detektion zu erreichen, stellen Sie den Detektor in der Nähe des Säulenofens auf. Standardmäßig wird er auf den Säulenofen gestellt.

⚠ VORSICHT

Wenn die Komponenten des SPD-20A aufeinander gestapelt werden, beträgt Abstand zwischen diesen Komponenten nur 5 mm.
Achten Sie darauf, sich nicht die Finger zwischen den Komponenten zu klemmen.

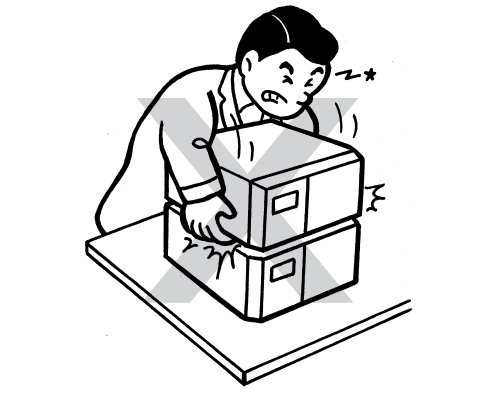


Abb. 9.3

■ Stapelfixierungen

Es wird empfohlen, handelsübliche Stapelfixierungen zu verwenden, um zu verhindern, dass das Gerät bei Erschütterungen vom Labortisch oder von der Arbeitsfläche fällt. Stapelfixierungen sind in verschiedenen Qualitäten erhältlich.

Sichern Sie das Gerät an der linken und rechten Seite mit Stapelfixierungen.
Weitere Informationen hierzu erhalten Sie bei Ihrer Shimadzu-Vertretung.

Ein Beispiel für die Anordnung von Stapelfixierungen findet sich in "Abb. 9.4".

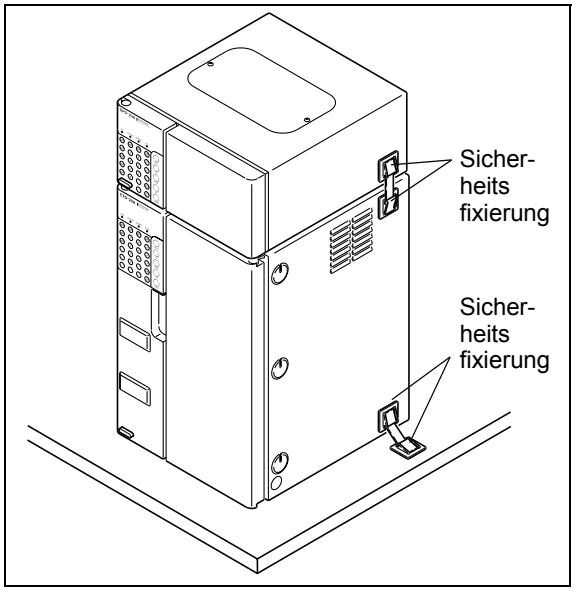


Abb. 9.4

9.1.3 Stromanschluss

Die folgende Tabelle zeigt die elektrische Spannung, Leistungsaufnahme und Frequenz.

Teile-Nr.	Netzspannung (Angabe auf dem Gerät)	Leistungsaufnahme	Frequenz
228-45005-31	100 V Wechselstrom (100/120/220 - 230/240 V~)	150 VA	50/60 Hz
228-45005-32	120 V Wechselstrom (100/120/220 - 230/240 V~)		
228-45005-38	220 V - 230 V/240 V Wechselstrom (100/120/220 - 230/240 V~)		

Stellen Sie sicher, dass das Gerät an eine Steckdose mit ausreichender Kapazität angeschlossen wird. Eine ungenügende Stromversorgung kann Stromausfälle und Spannungsabfälle verursachen, die nicht nur dieses Gerät, sondern alle an derselben Stromquelle angeschlossenen Geräte beeinträchtigen können.

■ Änderung der Netzspannung

Lautet die Teilenummer des Gerätes 228-45005-38 und beträgt die Spannung am Aufstellungsort 240 V, muss die Netzspannungseinstellung des Gerätes geändert werden.
Beträgt die Netzspannung 220 V bis 230 V, kann die Einstellung bei Lieferung (Anzeige: 230 V) beibehalten werden.
Beträgt die Netzspannung 240 V, ändern Sie die Spannungseinstellung wie folgt.

1 Schalten Sie den Netzschalter aus.

2 Trennen Sie das Netzkabel vom Netzanschluss des Gerätes.

3 Nehmen Sie die Abdeckung des Sicherungshalters mit Hilfe eines Flachschraubendrehers ab.

4 Drehen Sie den Drehschalter für die Spannung im Anschluss, bis er auf 240 V~ eingestellt ist.

5 Schließen Sie die Abdeckung des Sicherungshalters.

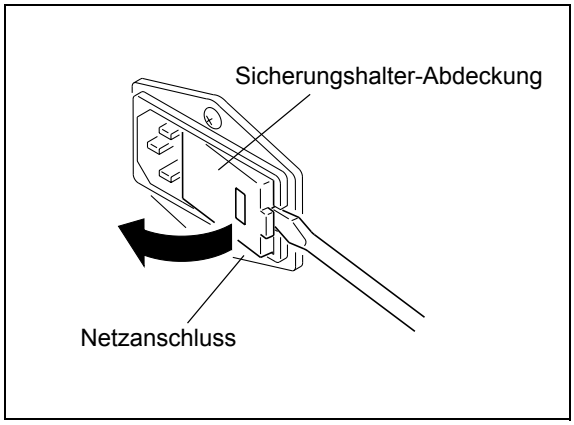


Abb. 9.5

■ Anschluss an die Steckdose

⚠ WARNUNG

Gehen Sie vorsichtig mit dem Netzkabel um, und beachten Sie die folgenden Sicherheitshinweise, um Beschädigungen der Leitung, Feuer, elektrischen Schlag oder Funktionsstörungen des Gerätes zu verhindern.

- Stellen Sie keine schweren Gegenstände auf das Netzkabel.
- Halten Sie heiße Gegenstände vom Kabel fern.
- Nehmen Sie keine Veränderungen am Kabel vor.
- Biegen Sie das Kabel nicht übermäßig und ziehen Sie nicht daran.
- Ziehen Sie den Stecker nie am Kabel aus der Steckdose.

Wenn das Kabel beschädigt ist, muss es sofort ersetzt werden.

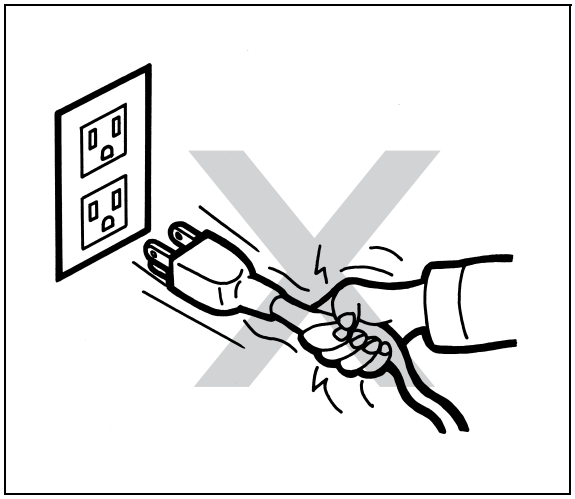


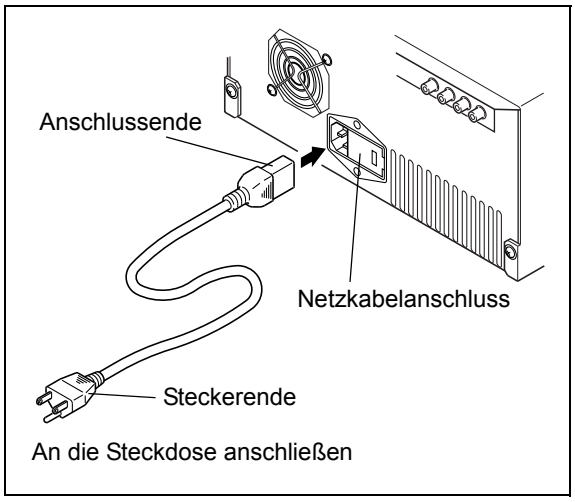
Abb. 9.6

⚠ VORSICHT

Stellen Sie sicher, dass der Netzschalter auf OFF steht, ehe Sie den Netzstecker einstecken.

1 Stecken Sie die Geräteseite des Netzkabels in den Netzkabelanschluss auf der Rückseite des Gerätes.

2 Stecken Sie den Stecker des Netzkabels in die Netzsteckdose.



An die Steckdose anschließen

Abb. 9.7

■ Erden

⚠ WARNUNG

Das als Zubehör mitgelieferte dreiadrige Netzkabel enthält ein Erdungskabel.
Zur Verhinderung eines elektrischen Schlages und zur Gewährleistung eines stabilen Betriebs muss das Gerät geerdet werden.

9.1.4 Vor dem Erstellen der Flusslinienverbindungen

Beim Erstellen der Flusslinienverbindungen im Rahmen der Aufstellung des Gerätes kommen verschiedene Arten von Kapillaren und Anschlussstücken zur Anwendung. Die Kapillaren müssen vor dem Erstellen der Flusslinienverbindungen zugeschnitten und mit Anschlussstücken versehen werden. In diesem Abschnitt finden Sie Anleitungen und Sicherheitshinweise für diese vorbereitenden Arbeiten.

■ Typen von Flusslinienverbindungen und Anschlussteilen

Die für die Erstellung der Flusslinienverbindungen verwendeten Kapillaren bestehen aus Edelstahl oder Kunststoff.

Edelstahl (SUS)

- Edelstahlkapillaren
  1,6 Außendurchmesser × 0,3 Innendurchmesser.
- Leitungsverschraubungen, 1.6MN
- Schneidringe 1.6F

Kunststoff

- Kapillaren aus FEP, PTFE, ETFE, PEEK, PE, usw.
- Leitungsverschraubungen PEEK
- PEEK-Schneidringe
- PTFE-Schneidringe

■ Zuschneiden der Kapillaren

Schneiden Sie die mitgelieferten Kapillaren auf die für die Installation erforderliche Länge zu.

Zuschneiden der Edelstahlkapillaren

1 Setzen Sie die mitgelieferte Feile zum Zuschneiden von Edelstahlkapillaren diagonal mit der Kante auf die Kapillare, und kerben Sie eine umlaufende Linie in die Kapillare ein.

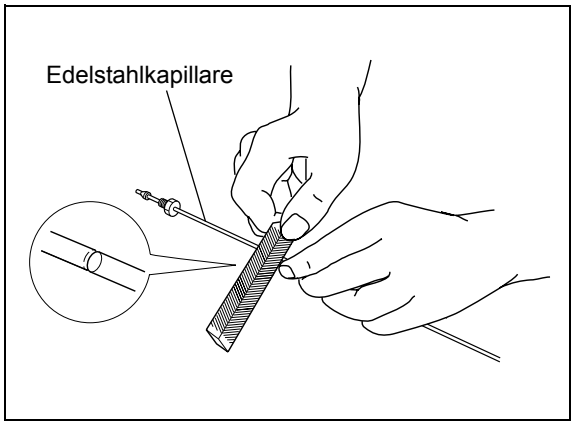


Abb. 9.8

HINWEIS

Kerben Sie die Kapillaren so ein, dass eine rechtwinklige Bruchfläche entsteht.

2 Halten Sie die Kapillare mit beiden Händen in gleicher Entfernung von der Schnittlinie, und biegen Sie sie in alle Richtungen, bis sie bricht.

3 Glätten Sie die Bruchfläche mit der Feile.

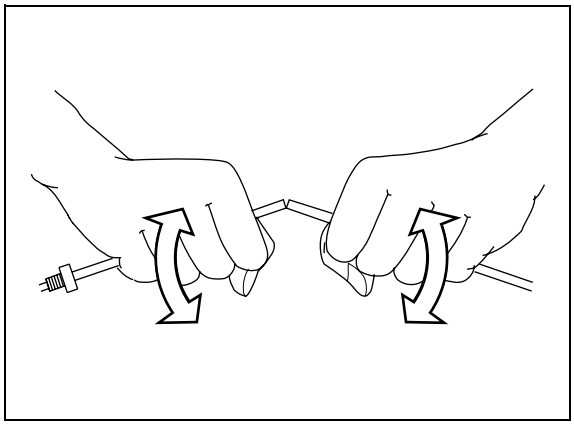


Abb. 9.9

⚠ VORSICHT

- Die Schnittfläche muss rechtwinklig zur Rohrachse sein, da andernfalls ein Totvolumen entsteht, das zur Peak-Verbreiterung führen kann.
- Achten Sie darauf, dass die innere Oberfläche der Kapillare nicht beschädigt wird, da die Kapillare ansonsten verstopfen kann.

■ Zuschneiden der Kunststoffkapillaren

Schneiden Sie die Kunststoffkapillaren mit einem Cutter im rechten Winkel zu.

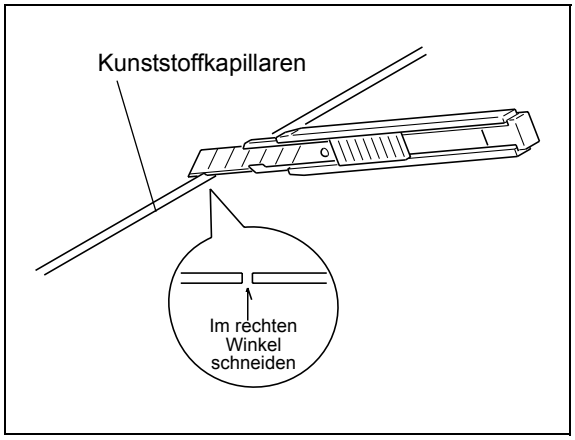


Abb. 9.10

■ Anschließen der Leitungen

1 Schieben Sie eine Leitungsverschraubung und einen Schneidring auf die Leitung.

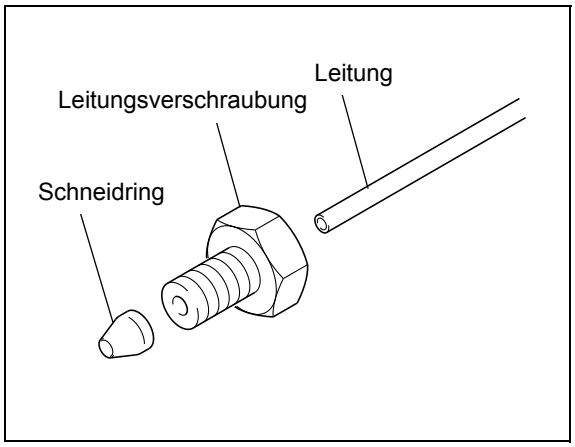


Abb. 9.11

> **⚠ VORSICHT**
>
> Auf Edelstahlkapillaren müssen Leitungsverschraubungen und Schneidringe aus Edelstahl, auf Kunststoffkapillaren solche aus Kunststoff angebracht werden.
> Bei der Verwendung von Kunststoff-Leitungsverschraubungen für Edelstahlkapillaren werden die Leitungsverschraubungen beschädigt, was zu Undichtigkeiten führen kann.

2 Führen Sie das Ende der Leitung mit aufgesetztem Schneidring in die entsprechende Öffnung ein. Ziehen Sie dann die Leitungsverschraubung fest.
Der Schneidring wird auf der Leitung gesichert.

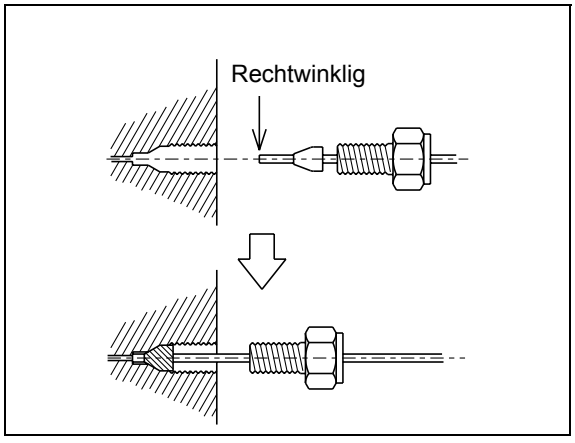


Abb. 9.12

⚠ VORSICHT

- Führen Sie die Kapillare bis zum Anschlag in die Öffnung ein.
  Andernfalls entsteht ein Totvolumen, das zur Peak-Verbreiterung führen kann.
- Überdrehen Sie die Leitungsverschraubung nicht.
  Andernfalls wird das Gewinde beschädigt.

HINWEIS

- Für Edelstahlleitungsverschraubungen:
  Verwenden Sie zum Festziehen und Lösen der Verschraubung den mitgelieferten Schraubenschlüssel.
  Wenn die Verschraubung mit einem Verbindungsstück oder einem anderen nicht fixierten Teil verbunden werden muss, sichern Sie das Verbindungsstück mit einem zweiten Schraubenschlüssel.
- Für Leitungsverschraubungen aus Kunststoff:
  Ziehen Sie die Verschraubung per Hand fest, und lösen Sie sie per Hand.

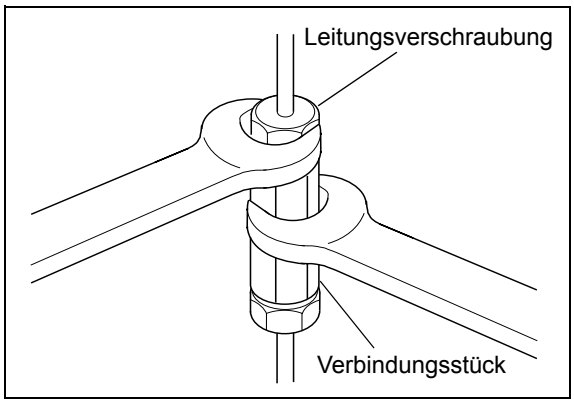


Abb. 9.13

3 Prüfen Sie, dass der Schneidring fest auf der Leitung sitzt. Lösen Sie dazu die Leitungsverschraubung und verschieben Sie sie ein wenig.

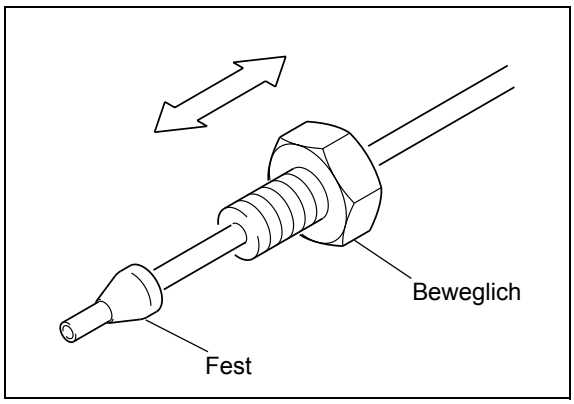


Abb. 9.14

■ Schutzaufsätze

Zum Schutz vor Schmutz und Staub während des Versands sind die Einlass- und Austrittsöffnungen des Gerätes mit Schutzaufsätzen (Hülsen, Blindstopfen, Verschlusskappen u. ä.) versehen.
Wenn das Gerät nicht an eine andere LC-Systemkomponente angeschlossen ist, ersetzen Sie die Schutzaufsätze. Andernfalls können Schmutz und Staub das Gerät verstopfen.
Bewahren Sie die Aufsätze gut auf und verschließen Sie die Öffnungen damit wieder, wenn das Gerät längere Zeit nicht verwendet wird.

HINWEIS

- Für Blindstopfen:
  Verwenden Sie zum Festziehen und Lösen den mitgelieferten Schraubenschlüssel.
- Für Blindstopfen aus Kunststoff:
  Von Hand entfernen und wieder aufsetzen.

9.1.5 Erstellen der Flusslinienverbindungen

⚠ VORSICHT

- Schalten Sie vor dem Erstellen der Flusslinienverbindungen die Stromversorgung sämtlicher Komponenten ab und ziehen Sie alle Netzkabel aus der Steckdose.
- Benutzen Sie zum Erstellen der Flusslinienverbindungen die unter "1.3Komponenten" aufgeführten Komponenten.
- Verwenden Sie nur das im Handbuch beschriebene Leitungsmaterial.

Nichtbeachtung kann Verletzungen oder Geräteschäden zur Folge haben.

Für das Gerät sind die folgenden Flusslinienverbindungen zu erstellen:

- Herstellen der Flusslinienverbindungen für Säule und Detektor .. Flusslinienverbindungen vom Säulenauslass durch den Detektor zum Abfallbehälter.
- Flusslinienverbindungen der Leitungen für Leckstellen ..... Zu evakuierende Flusslinienverbindungen, wenn in einem der Geräte in einem Stapel eine Leckstelle auftritt. Diese Leitung leitet die ausgelaufene Flüssigkeit durch das unterste Gerät im Stapel nach unten und von dort in den Abfallbehälter.

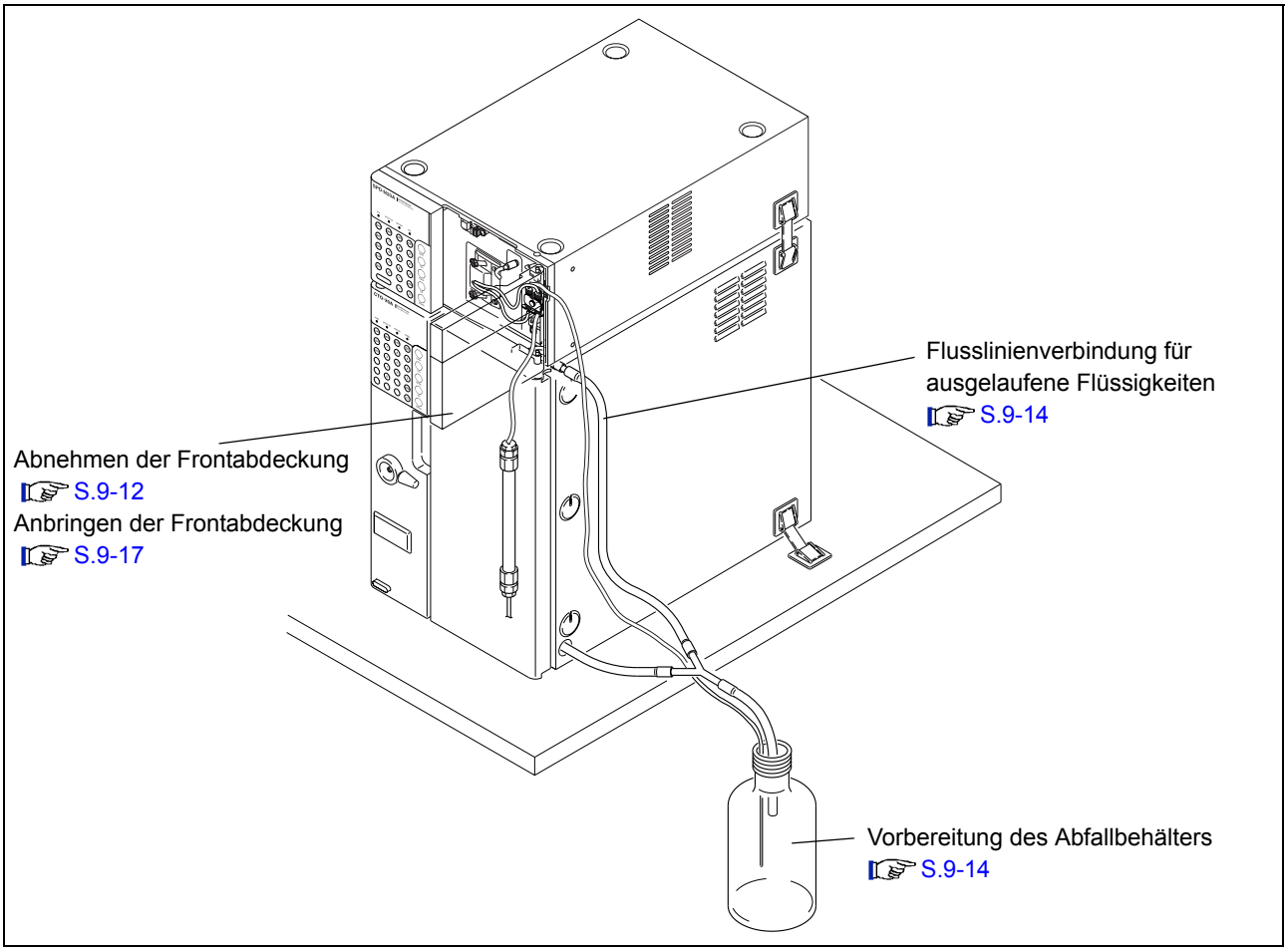


Abb. 9.15

■ Entfernen der Frontabdeckung

Die Frontabdeckung muss zum Erstellen der Flusslinienverbindungen entfernt werden.

1 Drücken Sie zum Öffnen der Frontabdeckung an der in der Abbildung gezeigten Position auf die Abdeckung, und lassen Sie wieder los.

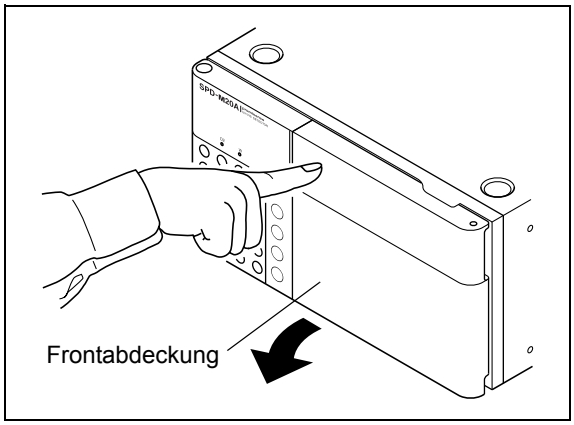


Abb. 9.16

2 Heben Sie die zu etwa 120 ° geöffnete Frontabdeckung an, um sie zu lösen.

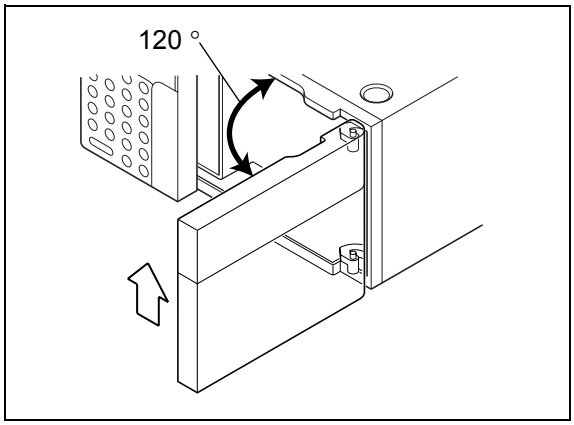


Abb. 9.17

■ Flusslinienverbindungen von Säule und Detektor

- Eine Beschreibung der Herstellung der Flusslinienverbindungen zum Detektor finden Sie im Handbuch der Lösungsmittelförderpumpe.
- Verbinden Sie die Flusslinie vom Säulenauslass durch den Detektor zum Abfallbehälter, wie in der folgenden Abbildung dargestellt. Wenn das Verbindungsstück angeschlossen wird, lösen Sie zunächst die Transportsicherungsschraube und entfernen das Verbindungsstück.

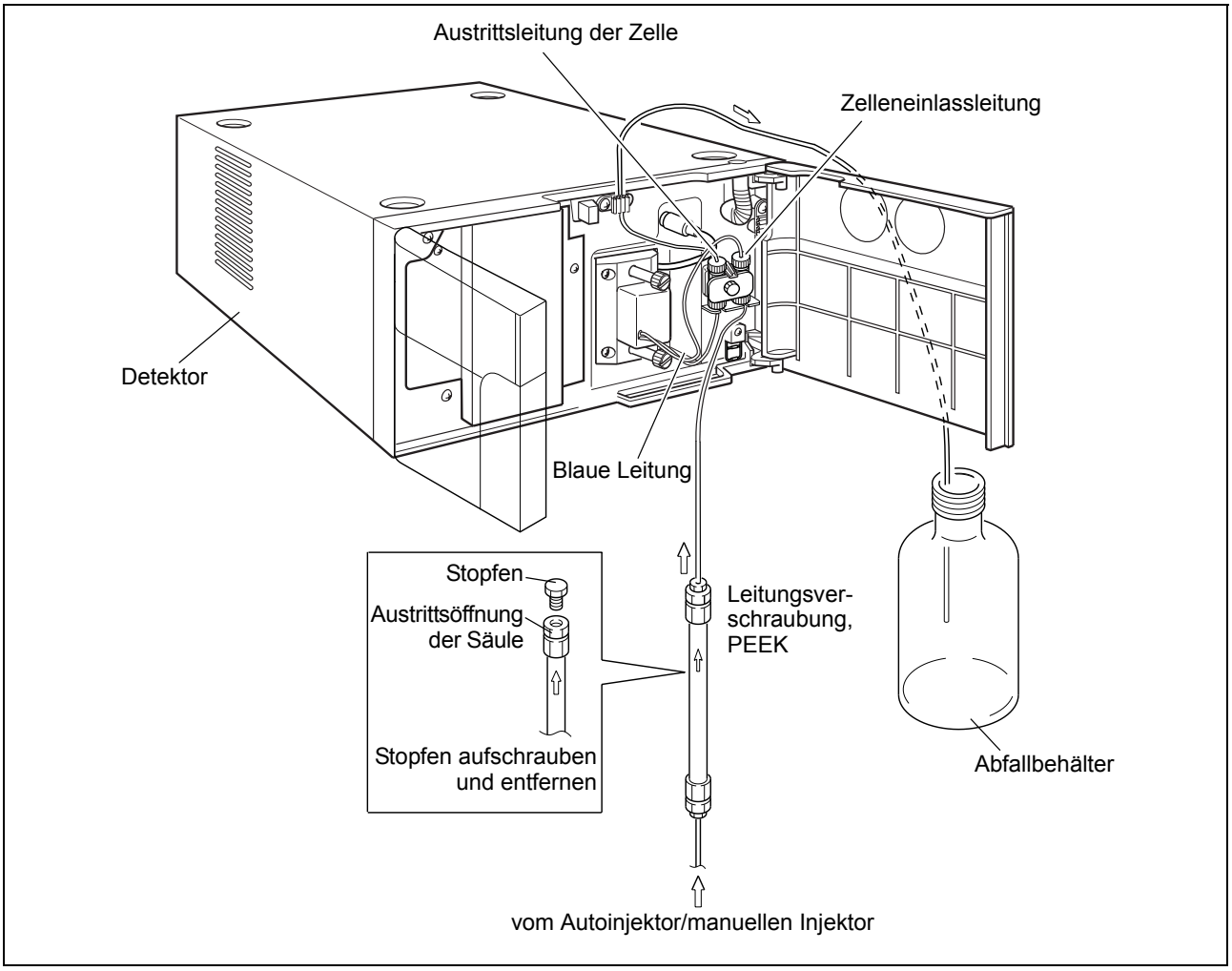


Abb. 9.18

■ Anschließen des Leckage-Ablaufrohrs

Durch die Konstruktion des Gerätes werden beim Auftreten von Undichtigkeiten im Inneren des Systems (außer im Säulenofen) die ausgetretenen Flüssigkeiten in die niedrigsten Ebene Gerätes und dann in den Abfallbehälter geleitet.
Das Verfahren zum Anschließen des Ablaufrohrs wird im Folgenden erläutert.
(Außer dem Abfallbehälter sind alle Komponenten in der rechten Abbildung Standardzubehör.)

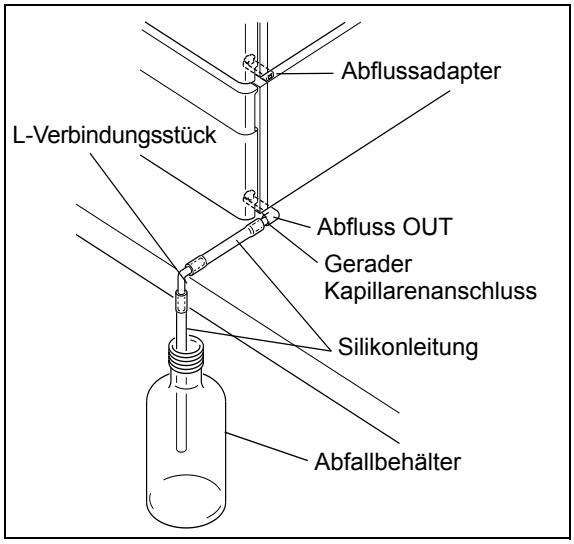


Abb. 9.19

HINWEIS

- Schneiden Sie ein Stück Silikonrohr so zu, dass keines der Teile durchhängt.
- Führen Sie die Silikonleitung so, dass sie die Oberfläche der Flüssigkeit im Abfallbehälter nicht berührt.

Unterseite des Gerätes

1 Führen Sie die Komponente Abfluss OUT, STD von der Vorderseite des Gerätes her in den Leckageabfluss ein.

2 Drehen Sie die Komponente Abfluss OUT, STD um 45 ° gegen den Uhrzeigersinn fest.

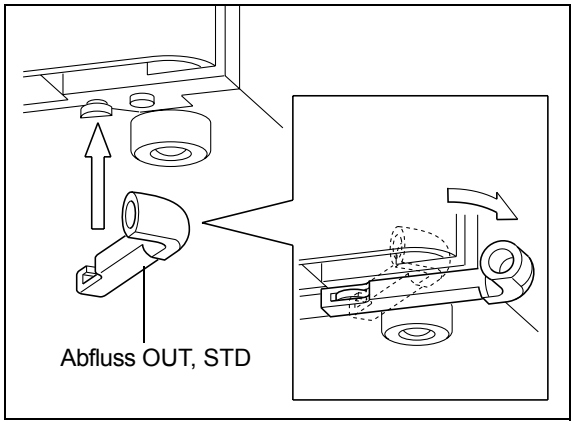


Abb. 9.20

3 Schließen Sie ein Ende des Silikonleitungsadapters mit einem geraden Rohranschluss an die Komponente Abfluss OUT, STD an.

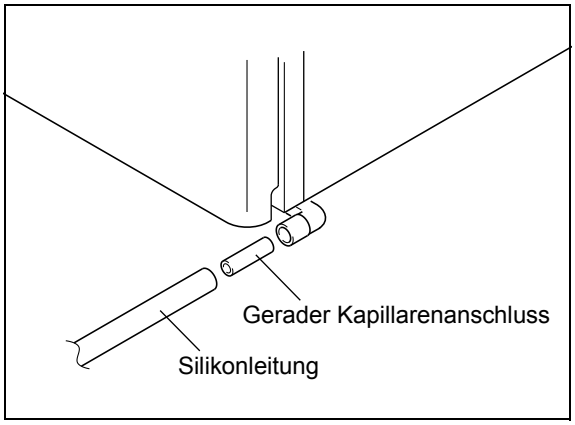


Abb. 9.21

4 Schneiden Sie die Silikonleitung am Rand des Tisches ab, und schließen Sie ein L-Verbindungsstück an. Führen Sie das L-Verbindungsstück wie in der rechten Abbildung nach unten und schließen Sie den anderen Teil des Silikonrohrs an.

5 Führen Sie das andere Ende der Silikonleitung in den Abfallbehälter ein.

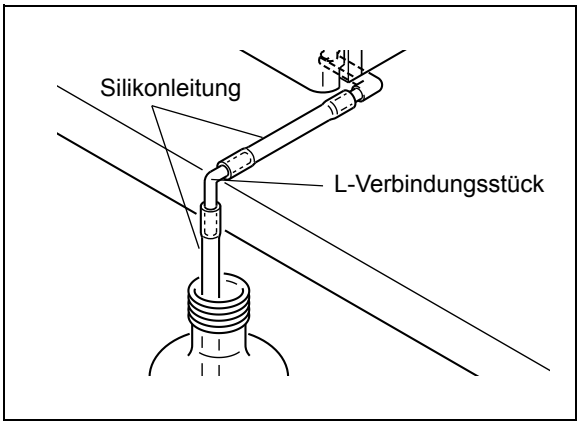


Abb. 9.22

HINWEIS

Um eine Behinderung des Flusses zu vermeiden, führen Sie die Silikonleitung mit dem Ende nach unten in die Flasche.

Unterseite der zweiten Einheit

HINWEIS

Leckagen des Säulenofens werden separat abgeleitet. (Nähere Informationen dazu finden Sie im Benutzerhandbuch des Säulenofens.) Wenn Komponenten über dem Säulenofen aufgestellt werden, verwenden Sie das in "Aufstellen von Komponenten auf dem Säulenofen" (nächste Seite) geschilderte Verfahren. Verwenden Sie das in "Aufstellen von Komponenten auf dem Säulenofen" (nächste Seite) geschilderte Verfahren auch dann, wenn die untere Einheit keine Leckageöffnung ("Abb. 9.24") besitzt.

1 Führen Sie den Abflussadapter in die in der Abbildung gezeigte Position und in das darunter befindliche Gerät ein.

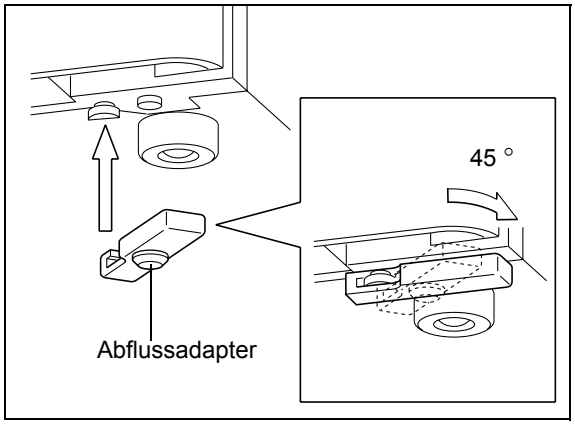


Abb. 9.23

2 Der Abflussadapter verbindet den Leckageabfluss mit der Leckageöffnung der unteren Einheit.

3 Gießen Sie Wasser in die Nähe des Leckageabflusses der oberen Einheit, und überprüfen Sie, dass das Wasser in den Abfallbehälter fließt.

Querschnitt der Anschlussteile

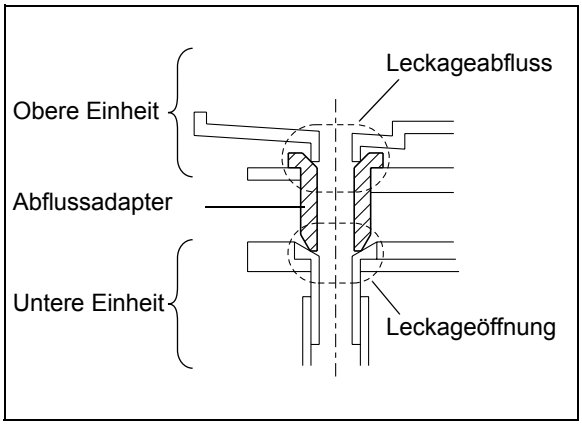


Abb. 9.24

Aufstellen von Komponenten auf dem Säulenofen

HINWEIS

Wenn die untere Einheit keine Leckageöffnung ("Abb. 9.24") besitzt, gehen Sie nach dem im Folgenden beschriebenen Verfahren vor.

1 Führen Sie die Komponente [Abfluss OUT, CTO] von der Vorderseite des Gerätes her in den Leckageabfluss ein.

2 Drehen Sie die Komponente [Abfluss OUT, CTO] um 45 ° gegen den Uhrzeigersinn fest.

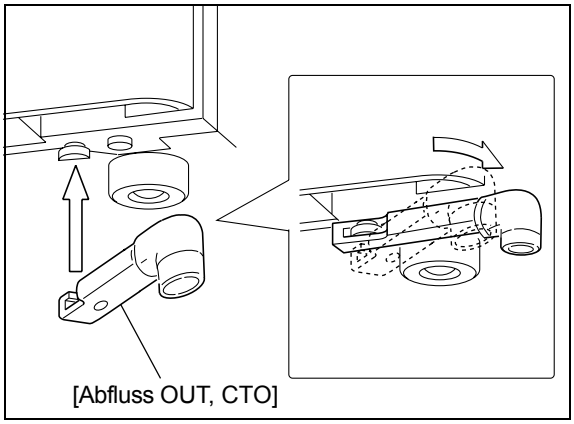


Abb. 9.25

3 Schließen Sie ein Ende des Silikonleitungsadapters mit einem geraden Rohrstück an die Komponente [Abfluss OUT, CTO] an.

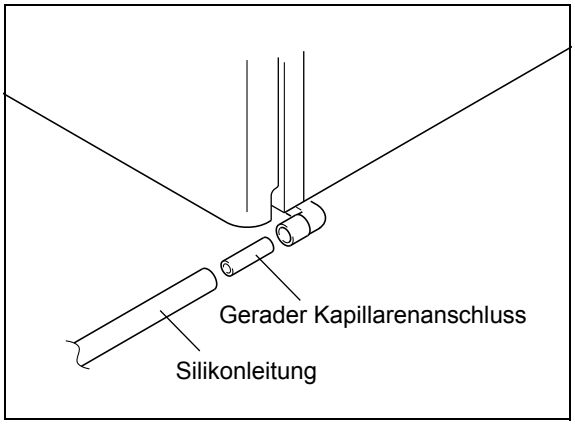


Abb. 9.26

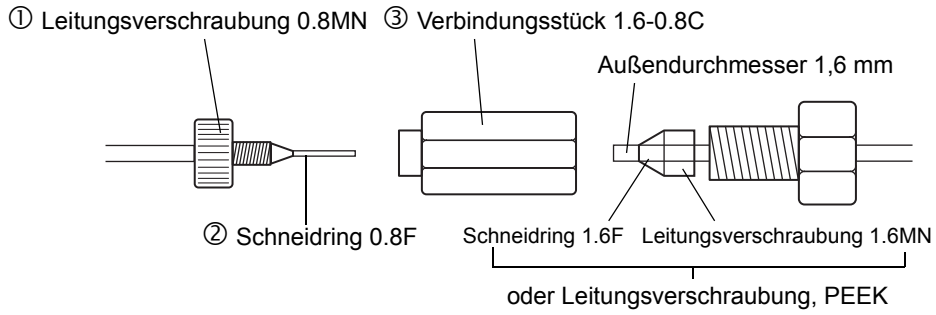
4 Führen Sie das andere Ende der Silikonleitung in den Abfallbehälter ein.

HINWEIS

- Um eine Behinderung des Flusses zu vermeiden, führen Sie die Silikonleitung mit dem Ende nach unten in die Flasche.
- Führen Sie die Silikonleitung so, dass sie die Oberfläche der Flüssigkeit im Abfallbehälter nicht berührt. Wenn die Spitze der Leitung die Flüssigkeit im Abfallbehälter berührt, wird der Fluss behindert.

HINWEIS

Für die Flusszelle wird eine Leitung mit einem Außendurchmesser von 0,8 mm verwendet.
Um die normale Leitung mit einem Außendurchmesser von 1,6 mm zu verwenden, schließen Sie die Komponenten wie in der Abbildung unten dargestellt an.



	Name des Teils	Teile-Nr.
①	Leitungsverschraubung 0.8MN, PEEK	228-46363
③	Verbindungsstück 1.6-0.8C	228-40998-10

Abb. 9.27

9

■ Anbringen der Frontabdeckung

1 Bringen Sie nach dem Erstellen der Flusslinienverbindungen die Frontabdeckung wieder an. Gehen Sie dabei in der umgekehrten Reihenfolge der Demontage vor.

2 Schließen Sie die Fronttür.

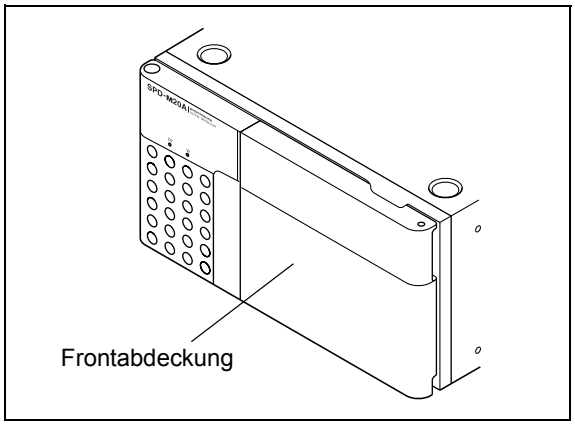


Abb. 9.28

9.1.6 Verkabelung

⚠ WARNUNG

- Schalten Sie vor dem Herstellen der Kabelverbindungen alle Komponenten ab, und ziehen Sie die Netzstecker.
- Verwenden Sie nur die angegebenen Kabel.
- Stellen Sie keine anderen als die angegebenen Kabelverbindungen her.

Die Nichteinhaltung der obigen Warnung kann zu Feuer, elektrischem Schlag oder zur Funktionsstörung des Gerätes führen.

■ Anschlussstücke

- Ethernet-Anschluss ..... Zur Verbindung mit PC über Hub.
- RS-232C-Anschluss ..... Für Wartung (Verwendung durch Servicepersonel).
- Eingabe-/Ausgabeanschlüsse ..... Zum Anschließen externer Geräte. Detaillierte Informationen über Verbindungen:
  ☞ "9.1.7 Eingabe-/Ausgabeanschlüsse" S. 9-21
- Integratoranschlüsse ..... Anschlüsse für 4-Kanal-Analogausgabe. Detaillierte Informationen über Verbindungen:
  ☞ "Verbinden der Integrator-Anschlüsse" S. 9-20

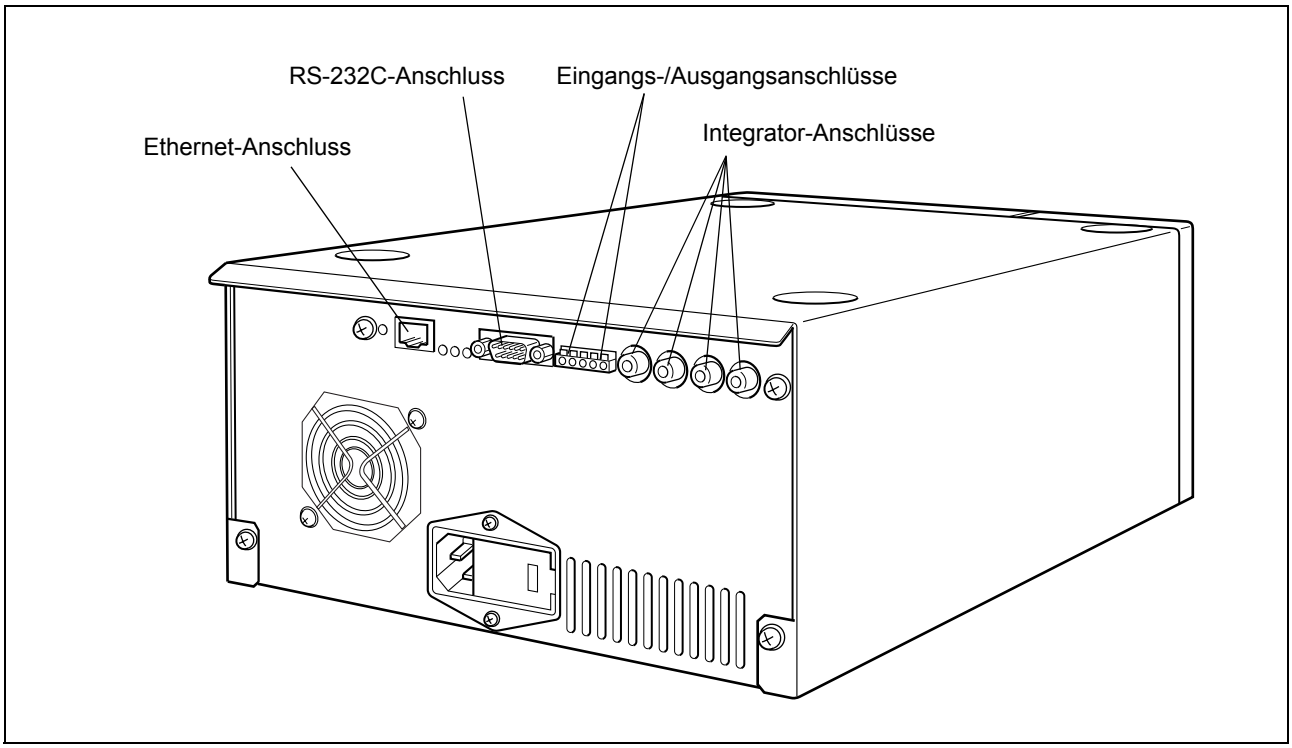


Abb. 9.29

■ Verbinden des Ethernet-Anschlusses

Der Ethernet-Anschluss dient zur Steuerung des Gerätes mit einem PC und zur Übertragung von Daten an den PC. Die Verkabelung erfolgt wie in der Abbildung dargestellt.

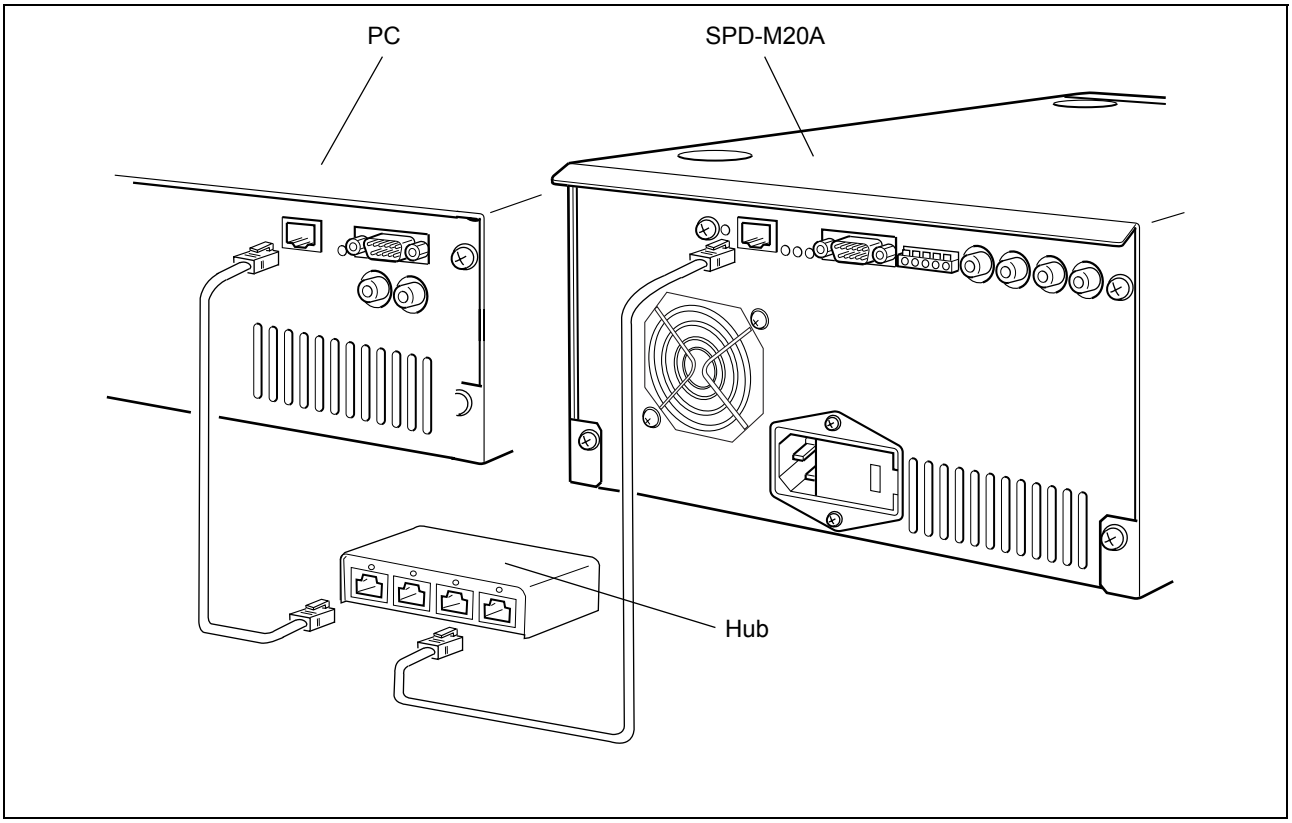


Abb. 9.30

HINWEIS

Verwenden Sie bei der Verkabelung von PC und Gerät ein Hub als Relais. PC und Gerät können nicht direkt miteinander verbunden werden.

Akzeptabler Hub- und Ethernet-Typ

Teil	Anmerkung
Hub	100M Switching Hub ☞ "1.4 Für den Betrieb benötigt" S. 1-5
Ethernet-Kabel	Ethernet-Netzwerkkabel Kategorie 5 UTP (Straight-through-Kabel) ☞ "1.4 Für den Betrieb benötigt" S. 1-5

■ Verbinden der Integrator-Anschlüsse

Die Integrator-Anschlüsse geben chomatografische Signale an den Chromatopac (Integrator) und Recorder aus. Die Verkabelung erfolgt wie in der Abbildung dargestellt.

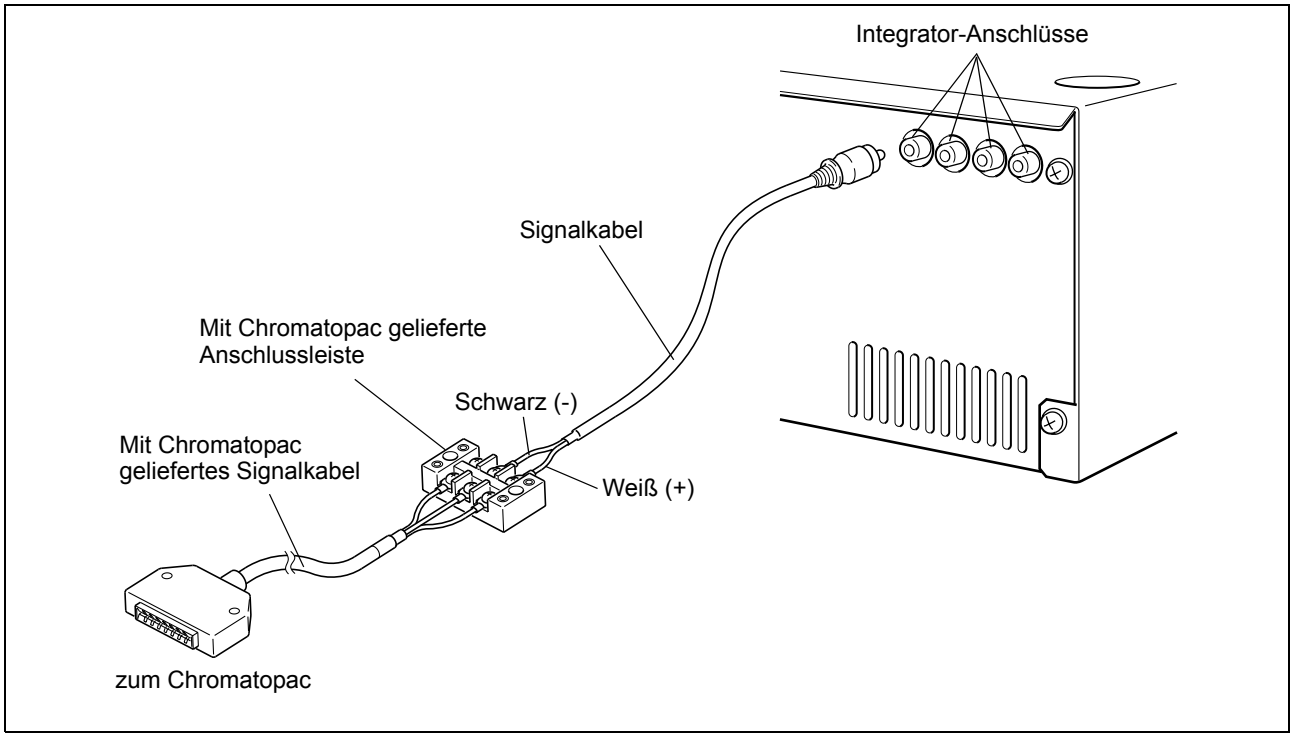


Abb. 9.31

1 Schließen Sie das gelieferte Signalkabel an einen Integrator-Anschluss an und verbinden Sie den Chromatopac wie in der Abbildung oben dargestellt.

☞ "1.5 Optionale Teile" S. 1-6
☞ "5.4 Analogausgabe-Verwendung und Einstellungen" S. 5-19

9.1.7 Eingabe-/Ausgabeanschlüsse

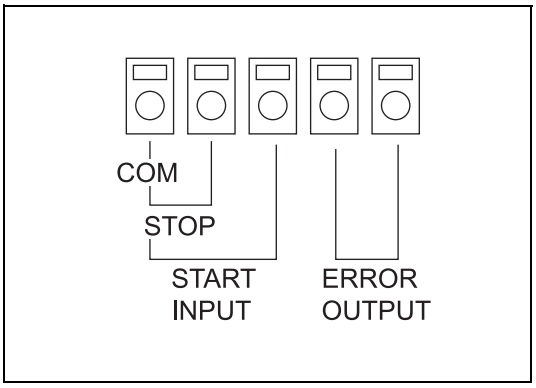


Abb. 9.32

Signale	Beschreibung	Anmerkung
START	Dieses Gerät startet die Analyse, wenn es ein externes Kontaktsignal empfängt. Die Startausgabe eines manuellen Injektors mit Positions-Sensorschalter oder eines Autoinjektors wird hier angeschlossen.	Diese Signale werden durch Schließen der Kontakte der jeweiligen Kabelpaare zwischen dem Befehls-Eingabeanschluss und dem gemeinsamen Anschluss gegeben. Die Kontakte müssen für die folgende Zeitdauer (tc) geschlossen werden: 0,5 s < tc
STOP	Dieses Gerät stoppt die Analyse, wenn es ein externes Kontaktsignal empfängt. Die Stoppausgabe eines manuellen Injektors mit Positions-Sensorschalter oder eines Autoinjektors wird hier angeschlossen.	
COM	Ein gemeinsamer Start-/Stoppanschluss.	
ERROR	Wenn dieses Gerät einen Fehler generiert, wird ein Fehlersignal (Kontaktsignal) ausgegeben.	Nennspannung: 30 V- / 1 A

9

■ Verbinden Eingabe-/Ausgabeanschlüsse

Eingabe-/Ausgabeanschlüsse dienen zur Eingabe der Analysestart- und -stoppsignale und zur Ausgabe von Kontaktsignalen, wenn Fehler erfasst werden.

Erforderliche Komponenten

Teil	Typ	Teile-Nr.
Event-Kabel	Standardzubehör	228-28253-91

1 Führen Sie das Event-Kabel ein, während Sie mit einem schmalen Flachschraubenzieher die Taste der Ein-/Ausgabeanschlüsse drücken.
Um das Event-Kabel abzutrennen, ziehen Sie es heraus, während Sie die Taste drücken.

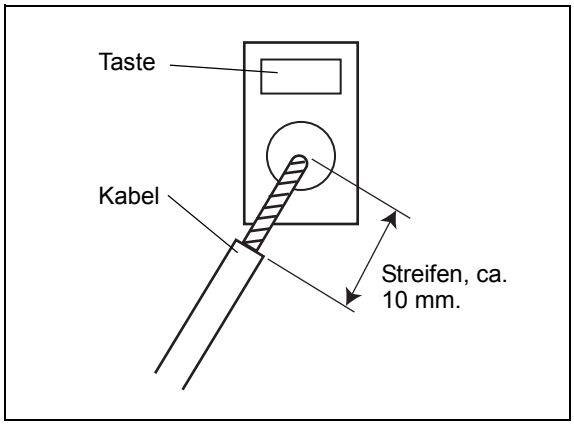


Abb. 9.33

HINWEIS

Im Lieferumfang des Gerätes ist ein Event-Kabel enthalten. Wenn mehr als 2 Kabel erforderlich sind, verwenden Sie die folgenden Kabel:
Akzeptable Kabeltypen
- Einadriges Kabel: ϕ0,4 bis ϕ1,2 (AWG26 bis 16)
- Kabel mit Litzendraht: 0,3 mm^2 bis 1,25 mm^2 (AWG22 bis 16), Durchmesser des Einzeldrahts dicker als ϕ0,18.

Das Kabel mit Litzendraht verhindert Unterbrechungen.

Vorbereitung der Kabelspitze
- Isolieren Sie etwa 10 mm der Kabelspitze ab.
- Bei Litzendraht verdrehen Sie die Aderspitzen miteinander.

9.1.8 Software-Installation

Dieses Gerät wird von einem PC gesteuert, der eine der folgenden Arten von Steuersoftware verwendet:

LCsolution

Installieren Sie die Software den im LCsolution-Handbuch geschilderten Anleitungen entsprechend.
Die PDA Utility-Software wird automatisch installiert.

CLASS-VP

Installieren Sie die Software den im CLASS-VP-Handbuch geschilderten Anleitungen entsprechend.
Die PDA Utility-Software wird automatisch installiert.

Web-Controller

Dieses Gerät kann mit einem Web-Browser (Internet Explorer usw.) gesteuert werden.
Ist auf dem PC noch keine Web-Browser-Software installiert, installieren Sie solche.
Zur Betriebsüberprüfung installieren Sie die auf der gelieferten CD-ROM enthaltene PDA Utility-Software.
1) Legen Sie die CD-ROM in das CD-ROM-Laufwerk ein.
   Der Installationsbildschirm wird angezeigt.
2) Installieren Sie die PDA Utility-Software gemäß den Anleitungen auf dem Bildschirm.

9.2 Spezifikationen

9.2.1 Leistungsspezifikationen

Gegenstand	Spezifikationen
Elemente des Fotodioden-Arraydetektors	512 Elemente
Lichtquelle	D2-Lampe, W-Lampe
Messwellenlängenbereich	190 bis 800 nm
Wellenlängengenauigkeit	±1 nm
Elementauflösung	1,2 nm/Element
Schlitzbreite	1,2 nm, 8 nm Schlitzwechsel möglich
Spektralauflösung	Max. 1,4 nm (bei Verwendung von 253,7 nm Niederspannungs-Hg (Quecksilber)-Lampenemissionslinie, 1,2 nm Schlitz)
Rauschstärke	$\pm 0{,}3 \times 10^{-5}$ AU oder weniger*1
Drift	$0{,}5 \times 10^{-3}$ AU/h oder weniger*1
Temperaturkoeffizient	$0{,}5 \times 10^{-3}$ AU/°C oder weniger (250 nm, Luftzelle, Zeitkonstante 2 s) 2×10^{-3} AU/°C oder weniger (600 nm, Luftzelle, Zeitkonstante 2 s)

*1: Drift-/Rauschmessbedingungen
Messwellenlänge: 250 nm , 600 nm, Zelle: mit Luft gefüllte Zelle, Zeitkonstante: 2 s, Schlitzbreite: 8 nm,
Rauschmessung: ASTM-Methode (ASTM E1657-98)

9.2.2 Standardflusszelle

Gegenstand	Spezifikationen
Länge des optischen Pfades	10 mm
Zellvolumen	10 µl
Druckfestigkeit	12 MPa (120 kgf/cm^2)
Materialien in Flüssigkeitskontakt	SUS316L, Quarzglas, PFA
Einlassleitung	0,25 mm (Innendurchmesser) × 550 mm Länge
Auslassleitung	0,25 mm (Innendurchmesser) × 250 mm Länge
Zelltemperatursteuerung	Ja
Zelltemperatursteuerungs-Einstellungen	AUS, 9 °C bis 50 °C, 1 °C-Schritte (Einstellung bei Umgebungstemperatur + 5 °C oder darüber)
Zelltemperatursteuerungs-Präzision	0,1 °C

HINWEIS

Angaben zu optionalen Zellen finden Sie unter
"1.5 Optionale Teile" S. 1-6.

9.2.3 Detektoreinheit

<table>
<tr><th colspan="2">Gegenstand</th><th>Spezifikationen</th></tr>
<tr><td colspan="2">Schnittstelle</td><td>Ethernet</td></tr>
<tr><td colspan="2">Analogausgabe</td><td>4 Kanäle</td></tr>
<tr><td colspan="2">Analogausgabebereich</td><td>0,5; 1; 2; 4; 1,25; 2,5 AU/V (Ausgabe auswählen)</td></tr>
<tr><td colspan="2">Spannungsausgabebereich</td><td>- 0,1 bis + 1,0 (V)</td></tr>
<tr><td rowspan="4">Sicher-heitsmerk-male</td><td>Temperatursensor</td><td>100 °C (Lampengehäuse-Hitzeschutz)</td></tr>
<tr><td>Temperatursicherung</td><td>116 °C (Netzspannungs-Schaltkartenschutz)</td></tr>
<tr><td>Lecksensoren</td><td>Leckdetektion in Flusszelle und an Leitungsverbindungsstücken</td></tr>
<tr><td>Lampenabdeckungssensor</td><td>Lampe wird automatisch ausgeschaltet, wenn Abdeckung abgenommen wird. (UV-Lichtschutz, Hochspannungsschutz)</td></tr>
<tr><td colspan="2">Umgebungstemperatur-/ Feuchtigkeitsbereich</td><td>4 °C bis 35 °C / 45 % bis 85 % Keine Kondensation *2</td></tr>
<tr><td colspan="2">Abmessungen</td><td>260 mm (B) × 140 mm (H) × 420 mm (T)
(vorstehende Teile ausgenommen)</td></tr>
<tr><td colspan="2">Gewicht</td><td>12 kg (nur Haupteinheit)</td></tr>
<tr><td colspan="2">Stromversorgung</td><td>
<table>
<tr><th>Teile-Nr.</th><th>Netzspannung
(Angabe auf dem Gerät)</th><th>Leistungsauf-nahme</th><th>Frequenz</th></tr>
<tr><td>228-45005-31</td><td>100 V Weschselstrom
(100/120/220 - 230/240 V~)</td><td rowspan="3">150 VA</td><td rowspan="3">50/60 Hz</td></tr>
<tr><td>228-45005-32</td><td>120 V Weschselstrom
(100/120/220 - 230/240 V~)</td></tr>
<tr><td>228-45005-38</td><td>220 V - 230 V/240 V
Weschselstrom
(100/120/220 - 230/240 V~)</td></tr>
</table>
</td></tr>
</table>

*2: Bitte beachte Sie, dass Umgebungstemperatur und Feuchtigkeitsbereich für das gesamte System durch die Spezifikationen für PC und Drucker beschränkt werden können.

9.3 Wartungsteile

9.3.1 Verbrauchsmaterialien

Teil	Teile-Nr.	Anmerkung
D2 (Deuterium)-Lampe	228-34016	
W (Wolfram)-Lampe	228-34410-91	
Flusszellendichtung	228-35097-03	
Flusszellenlinse	228-14572	
Zellenfenster	228-18058	

9.3.2 Ersatzteile

■ Elektrisches System

Teil	Teile-Nr.	Anmerkung
PCB-Baugruppe, PDA-CPU	228-41820-91	ohne ROM
PCB-Baugruppe, PDA-STROM	228-41800-91	
Sicherung 3.15AT	072-02004-21	Netzanschluss, Rückseite
Sicherung	072-02004-16	Für PCB, PDA-STROM
Transformator-SW M20-Baugruppe	228-42917-91	
Ventilatorbaugruppe	228-42589-91	Ventilator, Rückseite
Ventilatorbaugruppe	228-42589-92	Ventilator, Seite
Tafelbaugruppe (SPD-M20A)	228-43200-98	
Lichttafelbaugruppe, STD	228-43040-91	
Mikro-SW-Baugruppe	228-42525-91	
PCB, LC2K-CMDI-Baugruppe	228-37260-91	Anschlussplatine für die temperaturgesteuerte Flusszelle.
Lecksensorbaugruppe	228-39247-92	

■ Optisches System

Teil	Teile-Nr.	Anmerkung
D2 (Deuterium)-Lampe	228-34016	
W (Wolfram)-Lampe	228-34410	
LM-Baugruppe	228-33183-91	
Spiegel 1-Baugruppe	228-33184-91	
Spiegel 2-Baugruppe	228-33184-92	
Blendenbaugruppe	228-33140-91	
Gitterbaugruppe	228-33187-92	
Fotodioden-Array	228-42561	
Gitterunterbaugruppe	228-33542-92	
PCB-Baugruppe, PDA-DET	228-41810-91	
Spaltbaugruppe	228-42519-91	
Thermistorbaugruppe	228-42522-91	
temperaturgesteuerte Flusszelle	228-42593-91	Flusszellenkomponenten
Linsenbefestigungsschraube	228-40239-91	
Linse	228-14572	
Zellenfenster	228-18058	
Fensterdichtung	228-35097-03	
Heizungsbaugruppe	228-40189-91	
Leitungsverschraubung 0.8MN, PEEK	228-46363	
Verbindungsstück 0.8-1.6C	228-40998-10	

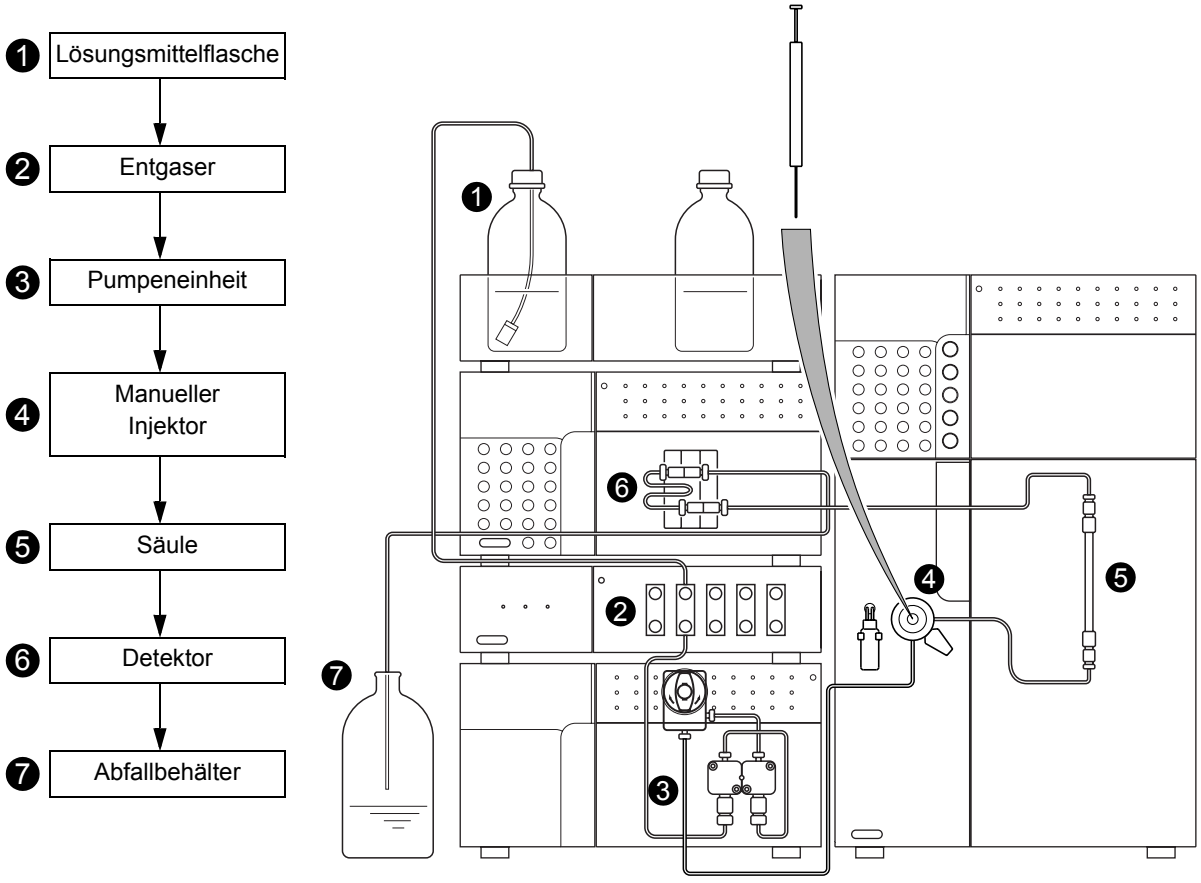
9.4 Einführung in das HPLC-System

Die Komponenten der Serie Prominence LC (LC-20A) sind zur Verwendung mit einem Shimadzu-Hochdruck-Flüssigchromatographiesystem vorgesehen und ermöglichen Analysen hoher Genauigkeit und Empfindlichkeit. Im Folgenden finden Sie einige Beispiel-Systemkonfigurationen sowie Beschreibungen der Funktion der verschiedenen Komponenten.

9.4.1 Beispiel eines einfachen (isokratischen) Systems

Jede Komponente des Systems wird lokal gesteuert. Dies ist ein einfaches System aus der für eine stabile Analyse erforderlichen Mindestanzahl von Komponenten.

■ Lösungsmittelfluss ■ Funktion der Komponenten

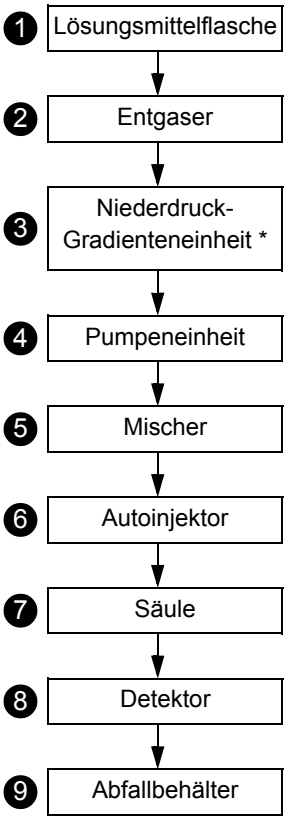


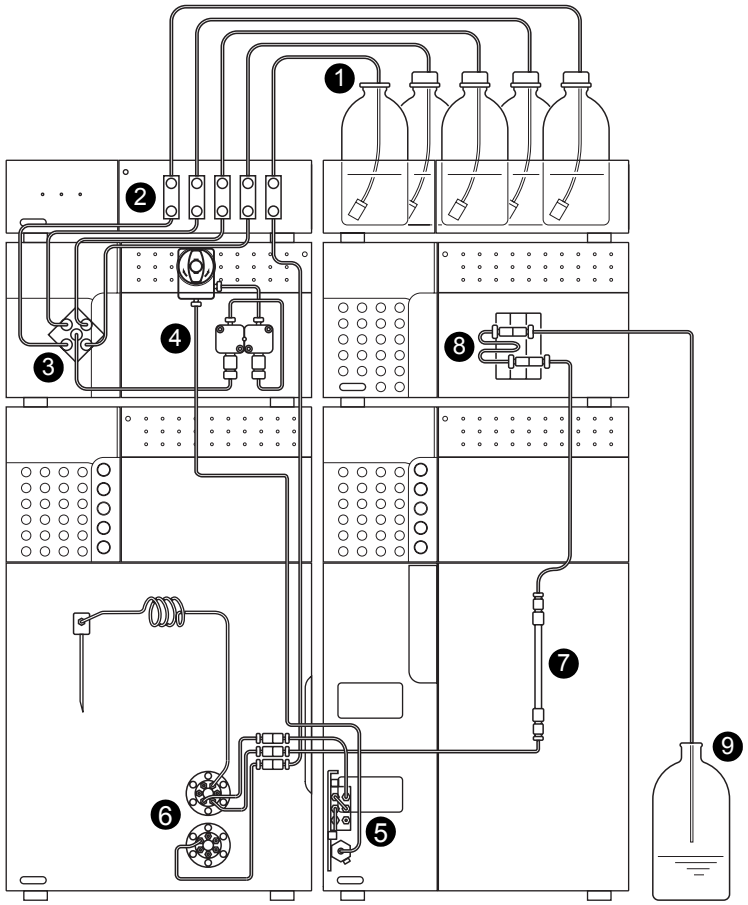
❶Die mobile Phase wird von der Pumpe aus der Lösungsmittelflasche in die Leitung gepumpt.
❷Der Entgaser entfernt die gelöste Luft aus der mobilen Phase und verhindert so die Entstehung von Luftblasen und den daraus resultierenden Drift oder sonstige Unregelmäßigkeiten der Basislinie.
❸Die Pumpe fördert die mobile Phase nacheinander durch den manuellen Injektor, die Säule und den Detektor und schließlich in den Abfallbehälter.
❹Die Proben werden vom manuellen Injektor mit einer Spritze in das System injiziert.
❺In der Säule werden die Komponenten in Folge der Interaktion zwischen der mobilen Phase und der Säulenfüllung (der stationären Phase) getrennt.
❻Der Detektor erkennt die aus der Säule eluierten Komponenten und sendet die Signaldaten an einen Integrator oder PC.
❼Die mobile Phase fließt aus dem Detektor in den Abfallbehälter.

9.4.2 Beispiel eines Autoinjektor-Systems (1)

Die zentrale Steuerung aller Komponenten durch einen CBM-20Alite-Systemcontroller erleichtert die Nutzung des Systems und begünstigt die Ausführung automatischer Analysen. Der CBM-20Alite kann bis zu 5 LC-Komponenten steuern. Da er in der Pumpeneinheit oder im Autoinjektor installiert wird, benötigt das System nur wenig Stellfläche.

■ Lösungsmittelfluss ■ Funktion der Komponenten



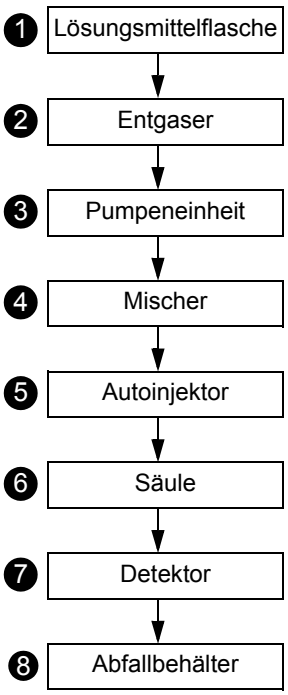


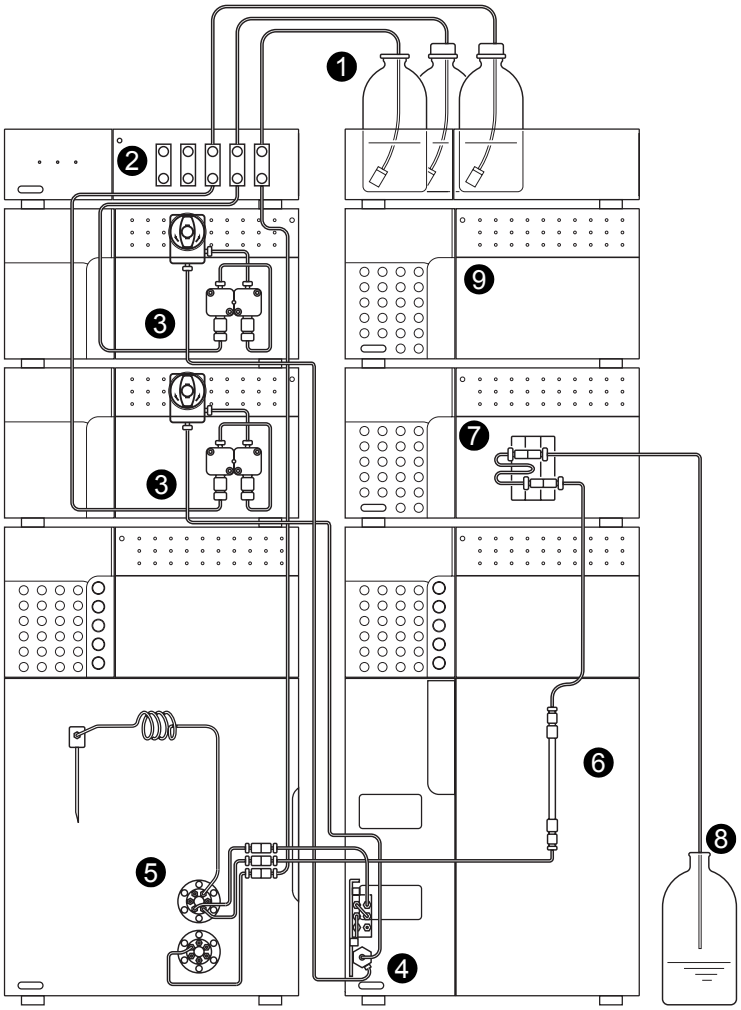
❶Die mobile Phase wird von der Pumpe aus der Lösungsmittelflasche in die Kapillaren gepumpt.
❷Der Entgaser entfernt die gelöste Luft aus der mobilen Phase und verhindert so die Entstehung von Luftblasen und den daraus resultierenden Drift oder sonstige Unregelmäßigkeiten der Basislinie.
❸Die Niederdruckgradient mischt bis zu 4 (vom Entgaser entgaste) mobile Phasen. (*Diese Komponente wird für ein Niederdruckgradientensystem benötigt.)
❹Die Pumpe fördert die mobile Phase nacheinander durch den Autoinjektor, die Säule und den Detektor und schließlich in den Abfallbehälter.
❺Der Mischer sorgt für eine bessere Durchmischung der mobilen Phasen. Diese Komponente wird für ein Nieder- oder Hochdruckgradientensystem benötigt.
❻Der Autoinjektor injiziert die Probe automatisch in die Flusslinien. Mit Hilfe eines Wechselracks kann das Autoinjektor-Rack automatisch gewechselt werden.
❼In der Säule werden die Komponenten in Folge der Interaktion zwischen der mobilen Phase und der Säulenfüllung (der stationären Phase) getrennt.
❽Der Detektor detektiert die in der Säule getrennten Komponenten und sendet die Signaldaten an einen Integrator oder PC.
❾Die mobile Phase fließt aus dem Detektor in den Abfallbehälter.

9.4.3 Beispiel eines Autoinjektor-Systems (2)

Der Systemcontroller CBM-20A kann bis zu 8 LC-Komponenten steuern (optional: 12 Komponenten).
Für Hochdruckgradientensysteme Pumpen desselben Typs verwenden.

■ Lösungsmittelfluss ■ Funktion der Komponenten





❶Die mobile Phase wird von der Pumpe aus der Lösungsmittelflasche in die Kapillaren gepumpt.
❷Der Entgaser entfernt die gelöste Luft aus der mobilen Phase und verhindert so die Entstehung von Luftblasen und den daraus resultierenden Drift oder sonstige Unregelmäßigkeiten der Basislinie.
❸Die Pumpe fördert die mobile Phase nacheinander durch den Autoinjektor, die Säule und den Detektor und schließlich in den Abfallbehälter.
❹Der Mischer sorgt für eine bessere Durchmischung der mobilen Phasen.
❺Der Autoinjektor injiziert die Probe automatisch in die Flusslinien. Mit Hilfe eines Wechselracks kann das Autoinjektor-Rack automatisch gewechselt werden.
❻In der Säule werden die Komponenten in Folge der Interaktion zwischen der mobilen Phase und der Säulenfüllung (der stationären Phase) getrennt.
❼Der Detektor detektiert die aus der Säule eluierten Komponenten und sendet die Signaldaten an einen Integrator oder PC.
❽Die mobile Phase fließt aus dem Detektor in den Abfallbehälter.
❾Der Systemcontroller CBM-20A kann bis zu 8 LC-Komponenten steuern (optional: 12 Komponenten), darunter bis zu 4 Pumpeneinheiten.

9.5 Eigenschaften mobiler Phasen

	(1) Lösungsmittel (*)η<0.5cP, > 45 °C (**)η<0.5cP,< 45 °C	(2) Quelle	(3) UV-Cutoff	(4) R.I.$_{25}$ °	Siede-punkt (°C)	Viskosi-tät (cP,25 °C)	(5) p'	(6) $e°_a$	(7) Wasser-löslichkeit %^{W}in$^{20\ °C}$ Lösungs-mittel	(8) Dielektri-zitäts-konstante e^{20}	(9) p'+ 0,25e
1	FC-78 (*) FC-75 (fluoreszierendes Lösungsmittel) FC-43	(LC-spezifisch)	210 nm 210 (opak unter 210)	1,267 1,276 1,291	50 102 174	0,4 0,8 2,6	< -2 < -2 < -2	-0,25 -0,25 -0,25		1,88 1,86 1,9	p'und' Dielektr. konst. (Funktion proportional zur Stärke)
2	Isooctan(*)(2,2,4-Trimethylpentan)	LC	197	1,389	99	0,47	0,1	0,01	0,011	1,94	0,1
3	n-Heptan(*)	LC	195	1,385	98	0,40	0,2	0,01	0,010	1,92	0,5
4	n-Hexan(*)	LC	190	1,372	69	0,30	0,1	0,01	0,010	1,88	0,5
5	n-Pentan(**)	LC	195	1,355	36	0,22	0,0	0,00	0,010	1,84	0,5
6	Cyclohexan	LC	200	1,423	81	0,90	-0,2	0,04	0,012	2,02	0,5
7	Cyclopentan(*)	LC	200	1,404	49	0,42	-0,2	0,05	0,014	1,97	0,6
8	l-Chlorbutan(*)	LC	220	1,400	78	0,42	1,0	0,26		7,4	2,8
9	Kohlendisulfid	LC	380	1,624	46	0,34	0,3	0,15	0,005	2,64	1,7
10	2-Chlorpropan(**)	LC	230	1,375	36	0,30	1,2	0,29		9,82	3,7
11	Tetrachlorkohlen-stoff	LC	265	1,457	77	0,90	1,6	0,18	0,008	2,24	2,3
12	n-Butylether		220	1,397	142	0,64	2,1	0,25	0,19	2,8	2,4
13	Triethylamin			1,398	89	0,36	1,9	0,54		2,4	2,4
14	Bromethan(*)			1,421	38	0,38	2,0	0,35		9,4	4,3
15	i-Propylether(*)		220	1,365	68	0,38	2,4	0,28	0,62	3,9	3,2
16	Toluol	LC	285	1,494	110	0,55	2,4	0,29	0,046	2,4	2,9
17	p-Xylen		290	1,493	138	0,60	2,5	0,26		2,3	3,0
18	Chlorbenzol			1,521	132	0,75	2,7	0,30		5,6	4,1
19	Brombenzol			1,557	156	1,04	2,7	0,32		5,4	4,1
20	Jodbenzol						2,8	0,35			
21	Phenylether			1,580	258	3,3	3,4			3,7	3,7
22	Phenetol			1,505	170	1,14	3,3			4,2	4,9
23	Ethylether(**)	LC	218	1,350	35	0,24	2,8	0,38	1,3	4,3	4,0
24	Benzol	LC	280	1,498	80	0,60	2,7	0,32	0,058	2,3	3,6
25	Tricresyphosphat										
26	Ethyljodid			1,510	72	0,57	2,2			7,8	4,2
27	n-Octanol		205	1,427	195	7,3	3,4	0,5	3,9	10,3	5,8
28	Fluorbenzol			1,46	85	0,55	3,1			5,4	4,6
29	Benzylether			1,538	288	4,5	4,1				
30	Methylenchlorid(**)	LC	233	1,421	40	0,41	3,1	0,42	0,17	8,9	5,6
31	Anisol			1,514	154	0,9	3,8			4,3	4,6

	(1) Lösungsmittel (*)η<0.5cP, > 45 °C (**)η<0.5cP,< 45 °C	(2) Quelle	(3) UV-Cutoff	(4) R.I.$_{25}$ °	Siede-punkt (°C)	Viskosi-tät (cP,25 °C)	(5) p'	(6) e°$_a$	(7) Wasser-löslichkeit %^{W}in^{20} °C Lösungs-mittel	(8) Dielektri-zitäts-konstante e^{20}	(9) p'+ 0,25e
32	i-Pentanol			1,405	130	3,5	3,7	0,61	9,2	14,7	7,3
33	1,2-Dichlorethan	LC	228	1,442	83	0,78	3,5	0,44	0,16	10,4	6,3
34	t-Butanol			1,385	82	3,6	4,1	0,7	mischbar	12,5	
35	n-Butanol	LC	210	1,397	118	2,6	3,9	0,7	20,1	17,5	8,3
36	n-Propanol	LC	240	1,385	97	1,9	4,0	0,82	mischbar	20,3	
37	Tetrahydrofuran(*)	LC	212	1,405	66	0,46	4,0	0,57	mischbar	7,6	
38	Propylamin(*)			1,385	48	0,35	4,2		mischbar	5,3	
39	Ethylacetat(*)	LC	256	1,370	77	0,43	4,4	0,58	8,8	6,0	5,8
40	i-Propanol	LC	205	1,384	82	1,9	3,9	0,82	mischbar	20,3	
41	Chloroform(*)	LC	245	1,443	61	0,53	4,1	0,40	0,072	4,8	5,6
42	Acetophenon			1,532	202	1,64	4,8			17,4	8,7
43	Methylethyl	LC	329	1,376	80	0,38	4,7	0,51	23,4	18,3	9,1
44	Cyclohexanon			1,450	156	2,0	4,7			18,3	9,1
45	Nitrobenzol			1,550	211	1,8	4,4			34,8	13,2
46	Benzonitril			1,536	191	1,2	4,8			25,2	10,9
47	Dioxan	LC	215	1,420	101	1,2	4,8		mischbar	2,2	
48	Tetramethylurea	LC	265	1,449	175		6,0	0,56		23,0	10,7
49	Chinolin			1,625	237	3,4	5,0			9,0	7,4
50	Pyridin			1,507	115	0,88	5,3		mischbar	12,4	
51	Nitroethan		380	1,390	114	0,64	5,2		0,9		
52	Azeton(*) Benzylalkohol	LC	330	1,356 1,538	56 205	0,30 5,5	5,1 5,7	0,71	mischbar	13,1	8,8
53	Tetramethyl-guanidin						6,1	0,6			
54	Methoxyethanol	LC	210	1,400	125	1,60	5,5		mischbar	19,9	
55	Tris(Cyanoethoxy)-propan	GC					6,6	0,56			
56	Propylenkarbonat	LC					6,1				
57	Ethanol	LC	210	1,359	78	10,8	4,3		mischbar	24,6	
58	Oxydipropionitril	GC					6,8				
59	Anilin			1,584	184	3,77	6,3			6,9	8,1
60	Essigsäure			1,370	118	1,1	6,0		mischbar	6,2	
61	Acetonitril(*)	LC	190	1,341	82	0,34	5,8		mischbar	37,5	
62	N,N-Dimethylacetamid	LC	268	1,436	166	0,78	6,5	0,88		37,8	
63	Dimethylformamid	LC	268	1,428	153	0,80	6,4			36,7	
64	Dimethylsulfoxid	LC	268	1,477	189	2,00	7,2	0,62	mischbar	4,7	
65	N-Methyl-2-Pyrolidon	LC	285	1,468	202	1,67	6,7			32	
66	Hexamethylphosphor-säuretriamid			1,457	233	3	7,4	0,65		30	
67	Methanol(*)	LC	205	1,326	65	0,54	5,1		mischbar	32,7	

	(1) Lösungsmittel (*)η<0.5cP, > 45 °C (**)η<0.5cP,< 45 °C	(2) Quelle	(3) UV-Cutoff	(4) R.I.$_{25}$ °	Siede-punkt (°C)	Viskosi-tät (cP,25 °C)	(5) p'	(6) e°$_a$	(7) Wasser-löslichkeit %^{W}in^{20} °C Lösungs-mittel	(8) Dielektri-zitäts-konstante e^{20}	(9) p'+ 0,25e
68	Nitromethan		380	1,380	101	0,61	6,0		2,1		
69	m-Cresol			1,540	202	14	7,4			11,8	10,0
70	N-Methylformamid			1,447	182	1,65	6,0		mischbar	182	
71	Ethylenglykol			1,431	182	16,5	6,9		mischbar	37,7	
72	Formamid			1,447	210	3,3	9,6		mischbar	111	
73	Wasser	LC		1,333	100	0,89	10,2			80	

(1) Ein Sternchen (*) weist auf ein für die Flüssigchromatografie bestens geeignetes Lösungsmittel mit niedrigem Siedepunkt (> 45 °C) und niedriger Viskosität (<0,5 cP) hin.
Zwei Sternchen (**) kennzeichnen Lösungsmittel mit sehr niedriger Viskosität und sehr niedrigem Siedepunkt.

(2) "LC" kennzeichnet eine besonders für LC geeignete Lösungsmittelqualität, die von Unternehmen wie den folgenden erhältlich ist:
Burdick & Jackson, Baker Chemical, Mallinckrodt Chemical, Fisher Scientific, Waters Associate, Manufacturing Chemists. Inc.
"GC" zeigt an, dass ein Lösungsmittel als stationäre Phase für die Gaschromatographie verwendet wird und bei Unternehmen erhältlich ist, die GC-Säulen und stationäre Phasen verkaufen. (Diese Lösungsmittel werden als stationäre Phase in der Flüssig-Flüssig-LC verwendet.)

(3) Die Wellenlänge, unterhalb der das Lösungsmittel absorbiert .

(4) Brechungsindex bei 25 °C.

(5) Polaritätsparameter des Lösungsmittels.

(6) Stärkeparameter des Lösungsmittels in Bezug auf Flüssig-Fest-Adsorption in Tonerde.

(7) Wasserlöslichkeit (% W) des in der Flüssig-Fest-Adsorption verwendeten Lösungsmittels bei 20 °C.

(8) Wert bei 20 °C.

(9) In der Ionenchromatographie: Funktion aus P' (proportional zur Lösungsmittelstärke) und der Dielektrizitätskonstante.

Quelle: A.Krstulovic and P.R.Brown, *Reversed-Phase High-Performance Liquid Chromatography, Wiley Interscience, 1982.*

Index

A

Abfallbehälter 9-14
Abfluss OUT, CTO 9-16
Abfluss OUT, STD 9-14
Abflussadapter 9-14
Ablaufrohr 9-14
Abmeldung 5-9
Abmessungen 9-24
Administrator 5-2
Analogausgabe 5-19
Analysezeit 5-7
Anbringen der Frontabdeckung 9-17
Änderung der Netzspannung 9-6
Anmeldung als Operator 5-5
Anmeldungsbildschirm 5-4
Anmeldungsrichtlinien 5-2
Anschließen der Leitungen 9-9
Anschlussstücke 9-18
Anschlussteil 9-8
Anwenderprivilegien 5-2
ASTM 7-22
Auflösung 9-23
Aufstellung 9-2, 9-4
Aufstellungsplatz 9-3
Ausgabebereich 9-24
Auswechseln der D2-Lampe 8-12
Auswechseln der W-Lampe 8-14

B

Bandbreite 4-2, 4-3
Bandwidth 5-6
Basislinie 3-2
Bei Administrator-Anmeldung 5-11
Bei Anmeldung als "Guest" 5-6
Beispiel eines Autoinjektor-Systems 9-28, 9-29
Beispiel für Systemkonfiguration 9-3
Belichtungszeit 4-2, 4-3
Bildschirm "Administrator" 5-11
Blase 6-3

C

Cancel Error-Schaltfläche 5-8
Chromatopac (Integrator) 9-20
COM 9-21
Current Status-Anzeige 5-4

D

Datenaufnahme 4-2
Default Gateway 5-13
Drift 6-4, 7-20, 9-23
Druckfestigkeit 9-23

E

Edit User ID 5-7
EEPROM 5-7
Eigenschaften mobiler Phasen 9-30
Einfache Reinigung 8-5
Eingabe-/Ausgabeanschlüsse 9-21
Einstellen der Geräteparameter 4-2
Einstellung der Belichtungszeit 8-17
Einstellungsparameter 5-6
Elemente 9-23
Emissionslinien der D2-Lampe 7-11
Emissionslinien der Hg-Lampe 7-11
Entfernen der Frontabdeckung 9-12
ERROR 9-21
Error Log 5-15
Error Log Display-Schaltfläche 5-15
Ersatzteile 9-25
Ersetzen der Lampen 8-11
Ersetzen von Sicherungen 8-19
Erstellen der Flusslinienverbindungen 9-8
Erzwungene Abmeldung 5-2, 5-10
Ethernet Gateway 5-13
Ethernet-Anschluss 9-19

F

Fehlerbehebung 6-2
Fehlercode 6-6, 6-8
Fehlermeldungen 6-6, 6-8

Flusslinienverbindungen von Säule und Detektor 9-13
[Force Logout]-Schaltfläche 5-11
Für den Betrieb benötigt 1-5

G

Geeignete Aufstellungsorte 9-2
Gegenmaßnahmen bei Blasen 6-4
Gerader Kapillarenanschluss 9-14
Gerät wird nicht mit Strom versorgt 6-2
Gewicht 9-24
Guest 5-2

H

Hardware-Validierung 7-2

I

Integrator-Anschluss 9-20
IP Address 5-4, 5-13
Isokratisches System 9-27

K

Kapillare 9-8
Kennwort festlegen 5-12
Komponenten 1-4

L

Lampenauswahl 4-2, 4-5
Lampenenergie zu klein 6-5
Länge des optischen Pfades 9-23
Language 5-12
LED-Leuchten 2-6, 3-4
Leitungsverschraubung 9-9
Lichtquelle 9-23
Linearitätsprüfung 7-16
Linse 8-8
Logout-Schaltfläche 5-5

M

Maintenance Log 5-16
Maintenance Log Display-Schaltfläche 5-16
Materialien in Flüssigkeitskontakt 9-23
Max. Lambda des Holmiumoxide-(Ho)-Filters 7-11
Merkmale 1-2

N

Nennlebensdauer einer Lampe 8-11
Notwendige Zeit für die Stabilisierung der Basislinie 3-2

O

Operation Log 5-16
Operation Log Display-Schaltfläche 5-16
Operator 5-2
Optionale Teile 1-6

P

Password 5-4
Peakfläche 7-26, 7-31
Periodische Inspektion 8-2
Polarity 5-6
Prominence LC (LC-20A) 9-27
Protokoll-/Teileverbrauchsinformationen 5-12
Prüfung der Betriebsdauer der Lichtquelle 7-10
Prüfung der Lampenintensität 7-14
Prüfung der Lichtintensität 7-14
Prüfung der Wellenlängengenauigkeit ... 3-2, 7-11
Prüfung von Drift/Rauschen 7-20

R

Range 5-6
Rauschen 6-3, 7-20
Rauschstärke 9-23
Referenzwellenlänge 4-3
Reinigung 8-20
Reinigung der Flusszelle 8-4
Relative Standardabweichung (Variationskoeffizient) 7-26, 7-31
Retentionszeit 7-26, 7-31

S

Sampling Rate 5-7
Schlitzbreite 9-23
Schneidring 9-9
Serial No. 5-12

Sicherheitsfixierung 9-5
Sicherheitshinweise für den Betrieb des Gerätes VII
Sicherheitshinweise für die Aufstellung VI
Sicherheitshinweise für die Auswahl des Aufstellungsortes V
Sicherheitshinweise für die Inspektion, Wartung, Einstellung und Pflege des Gerätes VIII
Sicherheitshinweise zum Schutz vor statischer Aufladung IX
Silikonleitung 9-14
Spaltbreite 4-2, 4-3
Spannungsausgabebereich 9-24
Spannungseinstellung 9-6
Spektralauflösung 9-23
Spezifikation 9-23
Standardkennwort 5-2
START 9-21
[Start Analysis]-Schaltfläche 5-5, 5-8
Starten des PDA-Dienstprogramms 7-7
Statusanzeige 2-6, 3-4
STOP 9-21
Stromversorgung 9-6
Subnet Mask 5-13
[System Check]-Schaltfläche 5-17
Systemcontroller 9-29

T

Temperatur der Flusszelle 4-2, 4-5
Temperaturkoeffizient 9-23
Temperatursteuerungs 9-23
Timeout Setting 5-12
Transportsicherungen 9-4

U

Überblick 1-2
Umgebungstemperatur-/Feuchtigkeitsbereich 9-24
Unzureichende Zelltemperatursteuerung 6-2
User ID 5-4
User ID (Administrator) 5-12
User ID (Operator) 5-12

V

Validierung der Komponenten 7-2, 7-7
Validierung des Systems 7-2, 7-23
Validierung eines Gradienten-LC-Systems ... 7-28
Validierung eines isokratischen LC-Systems 7-23
Verbrauchsmaterialien 9-25
Verkabelung 9-18
Verstopfte Flusszellenleitung 3-3

W

Wartungsteile 9-25
Wartungsverfahren 8-3
Wavelength 5-6
Web-Browser 5-2
Wellenlänge 4-2, 4-3
Wellenlänge verschoben 6-5
Wellenlängenbereich 9-23
Wellenlängengenauigkeit 9-23
Wellenlängenkalibration 3-2, 8-18
Wellenlängenprüfung 7-11

Z

Zeitkonstante 4-2, 4-5, 5-7
Zelldichtungen 8-8
Zelltemperatur 9-23
Zelltemperatursteuerungs-Präzision 9-23
Zellvolumen 9-23
Zerlegung, Reinigung und Zusammenbau der Flusszelle 8-8
[Zero]-Schaltfläche 5-5
Zuschneiden der Kapillaren 9-8

Leerseite technisch bedingt